

Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen

Von der Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig

zur Erlangung des Grades einer Doktorin
der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

genehmigte Dissertation

von Maya Krause

aus Goslar

eingereicht am: 21.06.2018

Disputation am: 30.10.2018

1. Referent: Prof. Dr. Jürgen Blum
2. Referent: Prof. Dr. Mario Trieloff

Druckjahr: 2018

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	5
Abstract	7
1 Einleitung	9
2 Theoretische Grundlagen	13
2.1 Wärmetransport in Planetesimalen	13
2.2 Wärmetransport in porösen Medien	14
2.3 Sinterprozesse	16
3 Messungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planete-	
 simalen	21
3.1 Hauptmessungen	21
3.1.1 Experimentaufbau und Messablauf	22
3.1.2 Herstellung der Staubproben	24
3.2 Zusatzmessungen	28
3.2.1 Temperaturkalibrierung der Wärmebildkamera	28
3.2.2 Laserprofil und Laserleistung	30
3.2.3 Eindringtiefe und Transmission der Laserstrahlung	31
3.2.4 Albedo der Staubproben	34
3.3 Untersuchung gesinterter Staubproben durch REM	35
4 Modellierungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Pla-	
 netesimalen	41
4.1 Modellierungsverfahren I	43
4.2 Ergebnisse von Modellierungsverfahren I	45
4.3 Entwicklung eines neuen Modellierungsverfahrens	51
4.4 Modellierungsverfahren II	53
4.4.1 Theoretisches Modell	53
4.4.2 FEM-Modell	55
4.4.3 Vergleichskriterium von Messung und Modell	57
4.4.4 Suche nach den optimalen freien Modellparametern	60
4.5 Ergebnisse von Modellierungsverfahren II	61
5 Modell zur Wärmeleitung eines 2-Kugel-Kontakts in Abhängigkeit	
 des Sintergrades	67

6	Ergebnisse zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen	73
6.1	Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors und der Koordinationszahl	73
6.2	Albedo der Staubproben	80
6.3	Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Partikelgröße	80
6.4	Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Sintergrades	85
7	Diskussion zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen	87
7.1	Wärmeleitung	87
7.2	Wärmestrahlung	90
7.3	Vergleich der Ergebnisse aus Modellierungsverfahren I und II	90
7.4	Vergleich mit Sakatani et al. (2017)	92
7.5	Sinterverhalten	93
8	Modellierung von Wärmetransport im Kometen 67P	95
8.1	Modell der Kometenkernstruktur	96
8.2	Numerische Modellierung des Wärmetransports	98
8.3	Modellierungsergebnisse und Diskussion	106
9	Fazit und Ausblick	113
	Anhang	117
A	Fminsearch-Funktion von MATLAB	117
B	Abbildungen zu Kapitel 4.5	118
B.1	Vergleichskriterium in Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit	118
B.2	Temperaturverteilungen aus Messungen und Modellierungen	121
	Literaturverzeichnis	129
	Danksagung	133
	Lebenslauf	135
	Referierte Publikationen	137

Zusammenfassung

Um die Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen als wichtigen Parameter für theoretische Modelle zur Entstehung und Entwicklung von protoplanetaren Körpern bestimmen zu können, wurden Messungen an Analogkörpern in Form von porösen Staubproben, die aus $1,5\,\mu\text{m}$ -großen monodispersen SiO_2 -Kugeln gebildet sind, durchgeführt. Es wurde eine berührungslose Messmethode angewendet, die aus einer Kombination von Temperaturmessung der Probenoberfläche mit einer Wärmebildkamera und numerischer Modellierung des stattgefundenen Wärmetransports besteht. Die effektive Wärmeleitfähigkeit, welche sich aus Wärmeleitung und Wärmestrahlung zusammensetzt, wurde über freie Modellparameter ermittelt, die an die gemessenen Temperaturdaten angepasst wurden. Mit diesem Verfahren wurde die Wärmeleitfähigkeit bei Vakuum von Staubproben mit unterschiedlichen Porositäten, die aus drei Herstellungsverfahren resultieren, sowie verschiedenen Sintergraden bestimmt. Für die Proben mit Volumenfüllfaktoren im Bereich von $\sim (0,15 - 0,54)$ ergaben sich entsprechend für die Wärmeleitung Werte von $\sim (0,02 - 0,1)\,\text{W m}^{-1}\,\text{K}^{-1}$.

Spezifische Analysen der Messergebnisse zeigen auf, dass die Koordinationszahl zur eindeutigen Charakterisierung der verschiedenen Packungsstrukturen der Probenarten besser geeignet ist als der Volumenfüllfaktor. Für den Leitungsanteil des Wärmetransfers lässt sich eine proportionale Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Koordinationszahl sowie der Kontaktfläche normiert auf die Querschnittsfläche der kugelförmigen Einzelteilchen feststellen. Bei kompakteren Proben dominiert der Wärmetransportanteil durch Leitung, wobei der Anteil durch Strahlung in Abhängigkeit der Porosität und Temperatur zunimmt. Wärmestrahlung kann auch bei geringeren Temperaturen den überwiegenden Anteil des Wärmetransfers ausmachen, wenn viele und große Hohlräume vorliegen, wie es der Fall ist bei einer hierarchischen Zusammensetzung einer porösen Packungsstruktur, gebildet aus porösen Aggregaten. Zur Beschreibung der gemessenen Zunahme der Wärmeleitfähigkeit durch Leitung in Abhängigkeit des Sintergrades konnte ein Modell mit analytischer Lösung für den Wärmetransport eines Kugelpaares mit größer werdender Kontaktfläche entwickelt und angepasst werden.

Die numerische Simulation von Wärmetransport in porösen Medien konnte ebenfalls angewendet werden, um die im Rahmen der Rosetta Mission gemessene Oberflächentemperatur des Kometen 67P/Tschurjumow-Gerassimenko zu reproduzieren. Die Modellierung ließ sich auf ein einzelnes poröses Staubaggregat der eisfreien obersten Staubschichten des Kometenkerns reduzieren und ergab durch Anpassung an die Messdaten für den Aggregatradius als freiem Modellparameter einen Wertebereich von $\sim (0,22 - 55)\,\text{mm}$, der zur Unterstützung der Entstehungshypothese des Kometen von Blum et al. (2017) beitragen konnte.

Abstract

To investigate the thermal conductivity of planetesimals as an important parameter for theoretical models concerning the formation and evolution of protoplanetary bodies, measurements were performed on analogous porous dust samples made of $1.5\,\mu\text{m}$ -sized monodisperse SiO_2 spheres. As non-invasive measuring technique a combination of temperature measurements of the sample surface by an IR camera and numerical simulations of the present heat transport was used. The effective heat conductivity, comprising the heat conduction and the heat radiation, was determined by free model parameters which were adjusted to the measured temperature data. By this method, the thermal conductivity was investigated at vacuum conditions for dust samples with different porosities, resulting from three applied manufacturing techniques, and varied sintering degrees. For the samples with volume filling factors in the range of $\sim (0.15 - 0.54)$, corresponding values for the heat conductivity of $\sim (0.02 - 0.1)\,\text{W m}^{-1}\,\text{K}^{-1}$ were achieved.

Specific analyses of the measured results reveal that the coordination number is more suitable to characterize unambiguously the packing structure of the sample types than the volume filling factor. For the heat transfer by conduction it turned out that the thermal conductivity depends proportionally on the coordination number and the contact area normalized by the cross section of the spherical particles. Conduction is the dominating part of the heat transport for more compact samples, whereas the radiation part increases with porosity and temperature. Radiation can become the major part of the heat transfer even for moderate temperatures in case of many and large spaces between the particles as for the hierarchical composition of a porous packing structure built of porous aggregates. For describing the measured increase of the thermal conductivity by conduction correlating with the sintering degree, a heat transport model with an analytical solution for a sphere pair with growing contact area could be developed and adapted.

The numerical simulation of heat transport in porous media was additionally applied for reproducing the surface temperature of the comet 67P/Churyumov-Gerasimenko obtained from measurements during the Rosetta mission. The modeling could be reduced to a single porous dust aggregate of the ice-free upper dust layers of the comet nucleus. By adaption to the measured temperature data, the size of the aggregate radius, dealt as free model parameter, could be determined to a range of $\sim (0.22 - 55)\,\text{mm}$, supporting the formation hypothesis for the comet of Blum et al. (2017).

1 Einleitung

Der Begriff *Planetesimal* wurde 1903 von dem amerikanischen Geologen T. C. Chamberlin geprägt und setzt sich aus den Wörtern *Planet* und *infinitesimal* bzw. *infinitesimaler Planetoid* zusammen (Brush 1978). Planetesimale sind solide Körper in einer protoplanetaren Scheibe, aus denen sich durch Wachstum spätere Planeten entwickeln können. Eine offizielle Definition, welche Objekte als Planetesimale gelten, wie sie von der Internationalen Astronomischen Union z. B. 2006 für Planeten festgelegt wurde, existiert bislang nicht. So kommt es vor, dass Wissenschaftler den Begriff Planetesimale unterschiedlich für Körper auf ihrem Wachstums- und Entwicklungsweg von mikrometergroßen Staubeilchen hin bis zu Planeten mit einer Größe von mehreren tausend Kilometern verwenden sowie auch von manchen generell für kleinere Körper des Sonnensystems, die aus der Phase der Planetenentstehung stammen, wie z. B. Kometen, Planetotide (Asteroide) und Meteorotide.

Neben der reinen Zuordnung anhand der Größe gibt es auch die Möglichkeit, protoplanetare Körper dahingegen zu unterscheiden, welcher physikalische Prozess beim Wachstum vorherrscht. Bei Objekten, die kleiner als ~ 1 km sind, erfolgt das Wachstum durch Stöße untereinander und Haftung aufgrund von van-der-Waals-Bindungskräften oder chemischen Verbindungen, wohingegen bei größeren Körpern deren gravitative Anziehungskraft zum Akkretieren von Material und somit zu Wachstum führt. Blum (2018) verwendet diese Unterteilung, um Körper mit einer Größe von $\sim (1-1000)$ km als Planetesimale zu bezeichnen, größere als Planeten-Embryonen und kleinere als Aggregate (bzw. im Englischen als „pebbles“).

Für diese Arbeit ist eine strenge Abgrenzung für die Verwendung des Begriffs Planetesimal nicht nötig bzw. wird eher eine grobe Zuordnung favorisiert, da die Betrachtungen allgemein für Körper mit einer porösen Festkörpermatrix gelten, in denen Wärmetransportprozesse stattfinden. Diese Gegebenheiten sind typisch für Objekte während der Frühphase der Planetenentstehung bzw. der Planetesimalbildung, allerdings auch anwendbar auf remanente Planetesimale wie z. B. Kometen.

Während ihrer Entstehung und Weiterentwicklung können Planetesimale verschiedenen thermischen Einflüssen ausgesetzt sein, z. B. von außen durch die Stern- bzw. Sonneneinstrahlung und bei größeren Planetesimalen durch internes Aufheizen aufgrund von radioaktivem Zerfall kurzlebiger Isotope, wie z. B. ^{26}Al . In theoretischen Modellen, welche diese Ereignisse beschreiben, spielt die Wärmeleitfähigkeit als Materialparameter eine wesentliche Rolle zur Berechnung des Wärmetransports. Da Planetesimale in ihrer Frühphase als sehr porös gelten (Blum und Wurm 2008), lässt sich der Wärmetransfer nicht allein durch die Materialkonstante der Wärmeleitfähigkeit des Festkörpermaterials beschreiben, sondern wird definiert durch eine Kombination aus Wärmeleitung über die Festkörpermatrix und den gegebenenfalls

gasgefüllten Poren sowie aus der Wärmestrahlung zwischen den Begrenzungsflächen der Hohlräumen des Körpers bzw. darüber hinaus, falls das Festkörpermateriale transparent gegenüber der Wärmestrahlung ist. Die in Summe aller am Wärmetransfer beteiligten Prozesse wirkende Wärmeleitfähigkeit wird als effektive Wärmeleitfähigkeit bezeichnet, die nicht nur stark von der porösen Struktur des Körpers abhängt sondern durch den Anteil der Wärmestrahlung zudem sehr temperaturabhängig ist, da die Temperatur mit der dritten Potenz eingeht.

Geht man davon aus, dass sich die poröse Struktur eines Planetesimals in seinem Anfangsstadium aus kleineren Einzelteilchen zusammensetzt, wie es Meteorite als Zeitzeugen der Planetenentstehung vermuten lassen, so erfolgt die Wärmeleitung über die Kontaktstellen der sich berührenden Partikel. Für den Fall von längerer Einwirkzeit hoher Temperaturen, wie z. B. bei innerer radioaktiver Heizung, kann es zum Sintern der Kontaktstellen kommen. Eine daraus resultierende Vergrößerung und Verdickung der Kontaktstellen, als sogenannte Sinterhalse, kann zum einen dazu führen, dass die Gesamtstruktur fester wird und zum anderen, dass die Wärmeleitfähigkeit durch Leitung erhöht wird, was die weitere Entwicklung des Planetesimals wesentlich beeinflussen kann.

Zur vereinfachten Beschreibung des Wärmetransferszenarios im Inneren von Planetesimalen oder nur an deren Oberflächenschichten kann von einer porösen Festkörperstruktur ausgegangen werden, die sich aus mikrometergroßen kugelförmigen Einzelpartikeln zusammensetzt, und bei der der Wärmetransport durch Leitung über das Festkörpermateriale und die Kontaktstellen der sich berührenden Einzelteilchen erfolgt. Die daraus resultierende reduzierte Wärmeleitfähigkeit kann in Abhängigkeit der Größe der Kontaktstellen so gering ausfallen, dass sie in der Größenordnung von z. B. Luft mit $0,026 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (für $T = 20^\circ \text{C}$ und $p = 1 \text{ bar}$ (Baehr und Stephan 2013)) und auch darunter liegen kann. Da der Umstand, ob die Hohlräume eines Planetesimals mit Gas und in welcher Zusammensetzung gefüllt sind, nicht als konstant oder gegeben angenommen werden kann, soll zunächst eine Untergrenze für die Wärmeleitfähigkeit von porösen Planetesimalen unter Vakuumbedingungen bestimmt werden. Zusätzlich zu dem Wärmeleitungsanteil über das Gerüst aus Festkörperteilchen wäre für die gesamte Wärmetransferbilanz noch der Anteil durch Wärmestrahlung zu berücksichtigen, der näherungsweise nur innerhalb der Zwischenräumen der Einzelteilchen wirkend angenommen wird.

Der Wärmetransport in porösen Medien ist generell ein sehr komplexes Thema und lässt in unterschiedlichsten Disziplinen, wie z. B. in der Geologie bei porösen Sandschichtbetten und in der Industrie bei Dämmstoffen, seit Jahrzehnten die Wissenschaftler nach einer möglichst allumfassenden Formel zur Berechnung und Vorhersage der effektiven Wärmeleitfähigkeit forschen (siehe z. B. die Übersichten von van Antwerpen et al. (2010), Collishaw und Evans (1994), Tsotsas und Martin (1987)). Trotz dementsprechend mannigfaltig existierender Untersuchungen und Modelle zu diesem Thema scheint es keine Studie zu geben, deren Inhalte den Eigenschaften von Planetesimalen gleich käme, bis auf die kürzlich publizierten Messungen von Sakatani et al. (2017) an Glaskugeln. Die meisten in der Literatur zu findenden Messungen bezüglich der Wärmeleitfähigkeit unter Vakuumbedingungen oder sehr niedrigen Drücken wurden an Materialien mit größeren Einzelpartikeln und höheren, teilweise auch inhomogenen, Packungsdichten vorgenommen (siehe z. B. Huetter

et al. 2008, Kührt et al. 1995, Merrill 1969).

Ziel dieser Arbeit ist demnach, die effektive Wärmeleitfähigkeit von porösen Planetesimalanalogkörpern unter Vakuumbedingungen zu bestimmen, und dabei zu untersuchen, inwiefern die Variation von Porosität, Packungsstruktur und Sinterzustand den Wert der Wärmeleitfähigkeit beeinflussen. Als Planetesimalanaloge wurden zentimetergroße Staubproben verwendet, die aus monodispersen mikrometergroßen SiO_2 -Kugeln aufgebaut sind. Verschiedene Packungsstrukturen und damit einhergehende unterschiedliche Volumenfüllfaktoren wurden durch die drei angewendeten Herstellungsverfahren, Pressen, Sieben und die Random-Ballistic-Deposition-Methode, der Proben realisiert. Zur Analyse des Einflusses von sich beim Sintern ausbildenden Sinterhalsen auf die Wärmeleitfähigkeit wurden die Proben sowohl in gesintertem und ungesintertem Zustand untersucht. Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit dieser Proben erfolgte mithilfe einer Kombination aus experimentellen Messungen und numerischen Modellierungen. Um die fragile Struktur der Staubproben nicht durch eine Messmethode, die mechanischen Kontakt mit dem Probenmaterial benötigt, zu verändern und dadurch womöglich das Messergebnis zu verfälschen, wurde eine nicht-invasive Messmethode gewählt. Sie beruht auf der Oberflächentemperaturmessung einer Staubprobe, die punktuell mit einem Laser geheizt wird, mithilfe einer Wärmebildkamera. Durch die Aufnahme der zeitlichen und räumlichen Temperaturentwicklung der Probenoberfläche während der Aufheiz- und Abkühlphase lässt sich alleine jedoch nicht die Wärmeleitfähigkeit ermitteln. Erst durch einen Abgleich mit einem numerischen Modell, mit dem die experimentellen Bedingungen möglichst realgetreu wiedergegeben werden, ist die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit möglich. Hierzu wird in dem Modell die Wärmeleitfähigkeit als freier Parameter gewählt und mithilfe eines Optimierungsalgorithmus so lange variiert, bis die Ergebnisse der gemessenen Proben Temperaturen mit denen der Simulation möglichst ideal übereinstimmen.

Die zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der SiO_2 -Staubproben entwickelte Modellierung von Wärmetransport in porösen Medien mit optimierter Anpassung freier Modellparameter konnte zusätzlich für die Abschätzung der Größe der Staubaggregate, aus denen Kometen und andere Kleinstkörper während der Frühphase der Planetenentstehung der Theorie von Blum et al. (2017) zufolge aufgebaut sind, angewendet werden. Auf Basis von Oberflächentemperaturmessungen, die im Rahmen der Rosetta Mission von dem Kometen 67P/Tschurjumow-Gerassimenko durchgeführt wurden, ließ sich durch Abgleich mit den Ergebnissen eines entwickelten numerischen Modells, das den Wärmetransport an der Kometenoberfläche simuliert, die optimale Aggregatgröße als freier Modellparameter ermitteln, die zu einer bestmöglichen Deckung von gemessenen und modellierten Temperaturwerten führt.

In Kapitel 2 dieser Arbeit wird zunächst ein theoretischer Überblick zu den Ursachen für Wärmetransport bei Planetesimalen, den möglichen Wärmetransportprozessen in porösen Medien und zu dem Sintervorgang vermittelt. Die experimentellen Messungen, welche die Temperaturmessungen der geheizten Staubproben mit der Wärmebildkamera beinhalten, sowie zusätzliche Messungen, die ergänzend zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Modellierung nötig sind, werden in Kapitel 3 beschrieben. In Kapitel 4 werden die numerischen Modellrechnungen mit

den zugrundeliegenden theoretischen Modellannahmen erläutert. Zur näherungsweisen Beschreibung der Wärmeleitung durch einen einzelnen Kugelpaarkontakt unter Einfluss von Sintern wurde ein theoretisches Modell entwickelt, das in Kapitel 5 präsentiert wird. Die aus den Messungen und Modellierungen resultierenden Ergebnisse für die Wärmeleitfähigkeit der untersuchten SiO_2 -Staubproben werden in Kapitel 6 analysiert und in Kapitel 7 diskutiert. Kapitel 8 beinhaltet die durchgeführten numerischen Simulationen zur Bestimmung der Aggregatgröße des Kometen 67P und in Kapitel 9 wird abschließend ein Fazit und Ausblick zur gesamten Arbeit gegeben.

2 Theoretische Grundlagen

Im ersten Abschnitt dieses Kapitels wird ein kurzer Überblick von Situationen bei Planetesimalen gegeben, bei denen Wärmetransport stattfindet und demnach die Wärmeleitfähigkeit ein wichtiger Parameter bei entsprechenden Modellrechnungen wäre. In den darauf folgenden Abschnitten wird jeweils eine theoretische Einführung zu dem Wärmetransport in porösen Medien im Allgemeinen und zu den komplexen Prozessen des Sintern gegeben.

2.1 Wärmetransport in Planetesimalen

Wenn in einer um einen jungen Stern rotierenden Gasscheibe durch allmähliches Absinken der Temperatur die bislang gasförmige Materie beginnt zu kondensieren, werden die Grundbausteine in Form von mikrometergroßen Teilchen aus refraktären Oxiden, Silikaten und Eis für sich später daraus entwickelnde protoplanetare Körper gebildet. Aufgrund von Zusammenstößen und Haftung durch van-der-Waals-Kräfte entwickeln sich zunächst hochporöse fraktale Agglomerate (siehe z. B. Krause und Blum (2004)). Bis zu welcher Aggregatgröße dieses fraktale Wachstum anhält, ab wann Restrukturierung und/oder Kompaktierung beginnt und wie der weitere Entwicklungsweg hin zu größeren Planetesimalen aussieht, hängt von verschiedenen Parametern ab, wie z. B. der Stoßgeschwindigkeit, der Tatsache, ob Eispartikel beteiligt sind, und der Region in der protoplanetaren Scheibe. Derzeit werden drei mögliche Entwicklungsszenarien diskutiert (Blum et al. 2017, Blum 2018): Die Bildung 1) durch sanften gravitativen Kollaps von konzentrierten Wolken aus Staub-„Pebbles“ (millimeter- bis zentimetergroße Staubaggregate mit einem Volumenfüllfaktor von $\sim 0,4$); 2) durch Massentransfer bei Stößen; 3) aufgrund zusätzlich enthaltener submikrometergroßer Wassereisteilchen. Welche der Hypothesen der realen Planetesimalbildung am ehesten entspricht, muss noch durch viele weitere Untersuchungen geklärt werden. Ab einer Größe von $\sim (1 - 1000)$ km, wenn gravitative Anziehungskräfte zur Akkretierung von Materie und somit zu weiterem Wachstum führt, handelt es sich um Planetesimale, die sich bis hin zu Planeten entwickeln können.

Für die verschiedenen Modelle zur Entstehung und Weiterentwicklung von Planetesimalen ist die Wärmeleitfähigkeit ein wichtiger Parameter für die Berechnung von thermischen Zuständen und Vorgängen, die durch innere und äußere Einflüsse bei einem protoplanetaren Körper verursacht werden können. Als Wärmequelle von außen spielt der Energieeintrag der Sonne bzw. des Sterns durch Wärmestrahlung eine wesentliche Rolle. Sie führt z. B. bei Körpern, die um die Sonne und sich selbst

rotieren zu einem Temperaturgradienten zwischen Tag- und Nachtseite. Bei Kometen bewirkt die Sonneneinstrahlung, dass in den obersten Schichten des Kometenkerns, der insgesamt aus Staub und Eis besteht, das Eis sublimiert und eine Staubschicht verbleibt. Der Wärmetransfer von der durch die Sonne erwärmten Oberfläche in die kälteren Innenbereiche des Kometenkerns kann dabei die Ausgasungsrate, durch Evaporation volatiler Stoffe, des Kometen bestimmen (siehe z. B. Gundlach und Blum (2012)).

Meteorite können als Körper, die aus der Phase der Entstehung des Sonnensystems stammen, wichtige Erkenntnisse über die Frühphase der Planetenentstehung liefern. Sie dienen als Zeitzeugen für die erste Generation von Planetesimalen und zeigen die verschiedenen Entwicklungsphasen von Planetesimalen auf, die sich in den drei Hauptgruppen von Meteoriten, den unprozessierten Chondriten, den differenzierten Achondriten und den durch Schmelzen und interne Differenzierung veränderte Asteroiden abstammenden Eisen-Meteoriten, wiederfinden (Pfalzner et al. 2015). Undifferenzierte Planetesimale mit einer Größe von einigen bis mehreren hundert Kilometern, die als Elternkörper von gewöhnlichen Chondriten gelten, können demnach durch den radioaktiven Zerfall kurzlebiger Nuklide, hauptsächlich durch ^{26}Al , im Inneren aufgeheizt werden und sich thermisch verändern (Gail und Trieloff 2018). Die im Körperinneren produzierte Wärme kann durch thermische Transportprozesse nach außen geleitet und an der Oberfläche abgestrahlt werden. Aufgrund der teilweise hohen Porosität der Planetesimale, die aus kleineren Teilchen zusammengesetzt angenommen werden, ist die Wärmeleitfähigkeit durch Leitung über die Festkörperstruktur der sich berührenden Teilchen wesentlich geringer als die eines kompakten Körpers. Je nachdem wie groß der zusätzliche Beitrag des Wärmetransfers durch Strahlung über die Hohlräume des porösen Materials ist, kann es im Körper durch fortwährendes inneres Heizen zu einem Wärmestau kommen und dadurch zu einem starken Aufheizen des Planetesimals. Diese Aufheizung wiederum könnte zum Sintern oder auch partiellem Schmelzen führen. Je nach Ausmaß dieser Prozesse würde dadurch die innere Struktur des Körpers verändert werden und damit ebenfalls dessen Wärmeleitfähigkeit. Dementsprechend kann nicht davon ausgegangen werden, dass ein Planetesimal während seiner Entwicklung einen konstanten Wärmeleitfähigkeitswert besitzt, sondern dieser sich dynamisch, sowohl zeitlich als auch lokal, ändern kann. Kommt es in einem Planetesimal durch inneres Heizen zum Sintern, würden durch die sich dabei ausbildenden vergrößerten Kontaktbereiche zwischen den Einzelteilchen, als sogenannte Sinterhalse, eine erhöhte Wärmeleitfähigkeit resultieren, was einen effektiveren Transport der Wärme nach außen zur Folge hätte. In welchem Maß diese Prozesse ablaufen, beeinflusst maßgeblich die Entwicklung des betroffenen Körpers und ist Gegenstand von theoretischen Modellen über die thermische Entwicklung von Planetesimalen (siehe z. B. die Publikationsreihe von Henke et al. (2012), Gail et al. (2015), Henke et al. (2016), Gail und Trieloff (2018)).

2.2 Wärmetransport in porösen Medien

Ein poröses Material zeichnet sich dadurch aus, dass es neben dem reinen Feststoff auch Poren enthält, welche offen oder geschlossen sein können, und die Flüssigkeit,

Gas oder keine Materie (bei Vakuum) beinhalten. Aufgrund dieser verschiedenen gegebenenfalls vorliegenden Aggregatzustände kann Wärme in porösen Medien durch die drei verschiedenen Transportprozesse, Wärmeleitung, Wärmestrahlung und Konvektion, übertragen werden. Der Wärmetransport über Strahlung unterscheidet sich prinzipiell von den beiden anderen Transportprozessen, da die dabei stattfindende Energieübertragung durch elektromagnetische Wellen nicht an ein Medium gebunden ist, und somit auch in Vakuum vorkommen kann. Ausgehend von einem Wärmestrahlung emittierenden Medium kann sie allerdings auch Wärme durch ein für Wärmestrahlung durchlässiges Material transportieren. Für ein poröses Medium, dessen feste Matrix bezüglich Wärmestrahlung opak ist und welches gasgefüllte oder evakuierte Hohlräume bzw. Poren enthält, findet Wärmestrahlung nur innerhalb dieser Poren statt. Kommt neben der reinen Wärmeleitung mindestens noch ein anderer der genannten Transportprozesse vor, so wird die resultierende Wärmeleitfähigkeit als „effektive“ Wärmeleitfähigkeit k_{eff} bezeichnet. Alle an der effektiven Wärmeleitfähigkeit beteiligten Komponenten können durch additive Superposition zusammengefasst werden:

$$k_{eff}(T) = k_L(T) + k_S(T) + k_K(T), \quad (2.1)$$

mit den Anteilen k_L durch Wärmeleitung, k_S durch Wärmestrahlung sowie k_K durch Konvektion. Diese konventionelle Schreibweise als Addition der einzelnen Anteile stellt jedoch eine Vereinfachung dar, da in manchen Fällen die Transportprozesse voneinander abhängen können. Reine Wärmeleitung findet im Feststoff des porösen Materials und in gas- oder flüssigkeitsgefüllten Hohlräumen bzw. Poren statt. Falls die Hohlräume groß genug sind, dass sich makroskopische Strömungen ausbilden können, ist Konvektion in den Poren, welche Gas oder Flüssigkeit enthalten, möglich. Nach z. B. Collishaw und Evans (1994) und Koglin (1967) ist der Wärmetransport durch Konvektion für Porengrößen kleiner als 4 mm bis 8 mm jedoch vernachlässigbar.

Zur Beschreibung des Wärmetransfers in einem porösen Medium durch reine Leitung über die Feststoffmatrix k_F mit von z. B. Gas oder Flüssigkeit angefüllten Poren k_G existiert eine große Anzahl theoretischer und empirischer Modelle (siehe z. B. Kaviany (1995), Progelhof et al. (1976), Masamune und Smith (1963)), in denen die beiden Anteile nach unterschiedlichen Gesetzmäßigkeiten miteinander kombiniert werden. Ein z. B. einfacher Ansatz hierfür ist das serielle Modell, in dem die effektiv wirkenden Anteile des festen und gasförmigen Materials mit ihren Volumenanteilen V_F und V_G gewichtet werden. Bei einem Medium mit der Porosität $P = V_G/(V_G + V_F)$ ergibt sich die Wärmeleitfähigkeit durch Leitung beider Komponenten zu

$$k_L(T) = (1 - P) \cdot k_F(T) + P \cdot k_G(T). \quad (2.2)$$

Für den Fall, dass es sich um ein poröses Material handelt, welches sich im Vakuum befindet, versagen in der Regel die Modelle, welche aus dem Zusammenspiel von Wärmeleitung über gasgefüllten Poren und fester Matrix aufgebaut sind. Neben der dann zu berücksichtigenden Wärmestrahlung in den Poren, scheint es schwer zu sein, eine modellbasierte Vorhersage für den Anteil der Wärmeleitung zu treffen, was die große Anzahl von theoretischen Modellen aufzeigt. Ein Ansatz zur Beschreibung

des Wärmetransports in einem porösen Material über reine Leitung ist nach Steiner und Kömle (1991) die Formulierung des Wärmeleitungsanteils als Multiplikation des Werts der Wärmeleitfähigkeit als Materialkonstante des Festkörpermateri als k mit dem Hertz-Faktor $h < 1$, der die Verringerung der Wärmeleitfähigkeit des reinen Festkörpermateri als durch die poröse Struktur wiedergibt

$$k_L(T) = h(T) \cdot k(T) . \quad (2.3)$$

Der Hertz-Faktor h beinhaltet dabei indirekt, aber nicht explizit definiert, den Einfluss von z. B. der Porosität, der Packungsdichte, der Anzahl der Kontaktstellen der Einzelteilchen, der Größe der Kontaktstellen und der Größe der Einzelteilchen. Bei einem Medium, was aus einer Packung von gleichgroßen Kugeln besteht, die sich in Vakuum befinden, kann man davon ausgehen, dass die Wärme nur über die Kontaktstellen der sich berührenden Kugeln weitergeleitet wird.

Zur Beschreibung des Wärmetransfers durch Wärmestrahlung sind in der Literatur sehr unterschiedliche Funktionen zu finden, welche jedoch oft folgende Form aufweisen (siehe z. B. die Übersichten aus Chen und Churchill (1963) und van Antwerpen et al. (2010))

$$k_S(T) = 4 \sigma F_S d_P T^3 , \quad (2.4)$$

mit σ der Stefan-Boltzmann-Konstanten, d_P dem Partikeldurchmesser und F_S einem Strahlungsaustauschfaktor. Je nach zugrundeliegendem theoretischen Modell oder gewissen Annahmen kann dieser Strahlungsaustauschfaktor von z. B. dem Emissionsgrad des Partikelmateri als, der Porosität der Partikelstruktur und der mittleren freien Weglänge der Photonen abhängen. Chen und Churchill (1963) betonen in ihrer Arbeit mit einem Vergleich zu anderen Modellen für die Vorhersage des Strahlungsanteils beim Wärmetransport, dass eine generelle Abhängigkeit von Emissionsgrad, Partikelgröße und Temperatur vorhanden ist, jedoch die von ihnen untersuchten Modelle nicht unbedingt die richtigen Abhängigkeiten wiedergeben. Zudem merken sie an, dass obwohl an vorhandenen Daten zu sehen ist, dass zusätzlich der Wärmestrahlungsanteil von der Partikelgröße und -form sowie Strahlungsdurchlässigkeit abhängt, in den verglichenen Gleichungen keine Angaben dazu vorkommen.

Aus diesem Grund wurde für die numerische Modellierung in dieser Arbeit für die Wärmestrahlung ein einfacher funktioneller Zusammenhang nach einem Modell, das in Huetter und Koemle (2008) anschaulich erklärt wird, gewählt:

$$k_S(T) = 4 \varepsilon \sigma d_P T^3 . \quad (2.5)$$

Hierbei beschreibt ε den Emissionsgrad des Partikelmateri als und d_P die Größe der Einzelteilchen als mittleren Abstand zwischen den Partikeln. Basis dieses Modells ist die Annahme, dass man den Wärmeaustausch zwischen den Oberflächen der Einzelteilchen als Wärmetransfer zwischen zwei parallelen Platten mit dem Abstand d_P nähern kann.

2.3 Sinterprozesse

Sintern für Festkörpermateri als ist ein Vorgang, bei dem durch thermische Einwirkung Partikel innerhalb einer Packungsstruktur (z. B. in Form eines Pulvers)

aufgrund von vorrangig atomarem Massentransport miteinander verbunden bzw. vorhandene Kontakte verstärkt werden und somit zu einem festeren Zusammenhalt der Partikelstruktur führen kann. Die Informationen zum Thema Sintern in diesem Kapitel stammen, falls nicht anders angegeben, aus German (1996). Sintern erfolgt meistens ab Temperaturen, die oberhalb der halben Schmelztemperatur des Materials liegen. Dabei ist der zugrundeliegende Antrieb bei dem Prozess des Sinterns die Reduktion der Oberflächenenergie durch Verkleinerung der Oberfläche bei gleichzeitiger Ausbildung von Verbindungen zwischen den Partikeln, sogenannten Sinterhälsen. Neben der Ausbildung von festen Verbindungen zwischen den Partikeln hat das Sintern gleichzeitig auch Auswirkung auf die Poren der Partikelstruktur, wodurch sich verschiedene Eigenschaften wie z. B. Festigkeit, Verformbarkeit, Leitfähigkeit (thermische, elektrische, magnetische) und Korrosionsbeständigkeit verändern können. In manchen Fällen, vor allem bei keramischen Materialien, verursacht der Sinterprozess eine Verdichtung der Partikelstruktur, begleitet von Schrumpfen in den geometrischen Dimensionen, da die Partikel sich gegenseitig anziehen, sich selbst komprimieren und forcieren, die dazwischenliegenden Poren zu verkleinern bzw. zu eliminieren. Prinzipiell führt das Bestreben, Oberflächenkrümmungen zu reduzieren, dazu, dass beim Sintern konkave Festkörperstrukturen sich allmählich füllen und konvexe abflachen. In den meisten Fällen wird der Prozess des Sinterns begünstigt, je kleiner die Partikel sind aufgrund des größeren Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnisses, und durch hohe Temperaturen, wegen der einhergehenden größeren Mobilität der Atome.

Es gibt verschiedene Sintermechanismen, die sich durch die Art und Wege des Massentransports unterscheiden, wobei meistens mehrere Mechanismen gleichzeitig auftreten, jedoch einer dominiert. Welch ein Sintermechanismus gegenüber den anderen vorrangig wirkt, kann sich während des Sintervorgangs zudem noch ändern. Die Mechanismen lassen sich grob in zwei Gruppen unterteilen, bei denen in der einen Gruppe die Quelle für den Massentransfer hin zum Sinterhals an der Oberfläche der Partikel liegt und der Sinterprozess zu keiner Verdichtung der Partikelstruktur führt, wozu die Mechanismen 1) Oberflächendiffusion, 2) Volumen-/Gitterdiffusion von der Oberfläche aus und 3) Evaporation-Kondensation zählen. In der anderen Gruppe der Sintermechanismen führt Massentransport aus dem Volumen der Partikel bzw. der Kontaktregion zwischen den sich berührenden Partikeln zum Wachstum der Sinterhäse und zu einer Verdichtung bzw. Schrumpfung der Partikelstruktur. Hierzu gehören die Mechanismen 4) Korngrenzendiffusion, 5) Volumen-/Gitterdiffusion von der Korngrenze bzw. viskoses Fließen bei amorphen Materialien und 6) plastisches Fließen. Die unterschiedlichen Massentransportwege beim Sintern mit der Differenzierung von nicht-verdichtenden und verdichtenden Prozessen sind in Abbildung 2.1 anhand des Kontaktes zweier kugelförmiger Partikel skizziert.

Der Mechanismus Evaporation-Kondensation bewirkt den Transport von Atomen über den Porenraum hinweg durch Verdampfen und anschließendes Kondensieren auf einer nahegelegenen Partikeloberfläche. Dabei wird vorzugsweise Material von konvexen Oberflächen verdampft und in konkaven Bereichen rekondensiert, wie z. B. an den Sinterhälsen, wo der Dampfdruck geringer als im Gleichgewichtszustand ist. Falls Materialien während des Sinterns Gewicht verloren haben, spricht viel dafür, dass Massentransport über Verdampfen stattgefunden hat.

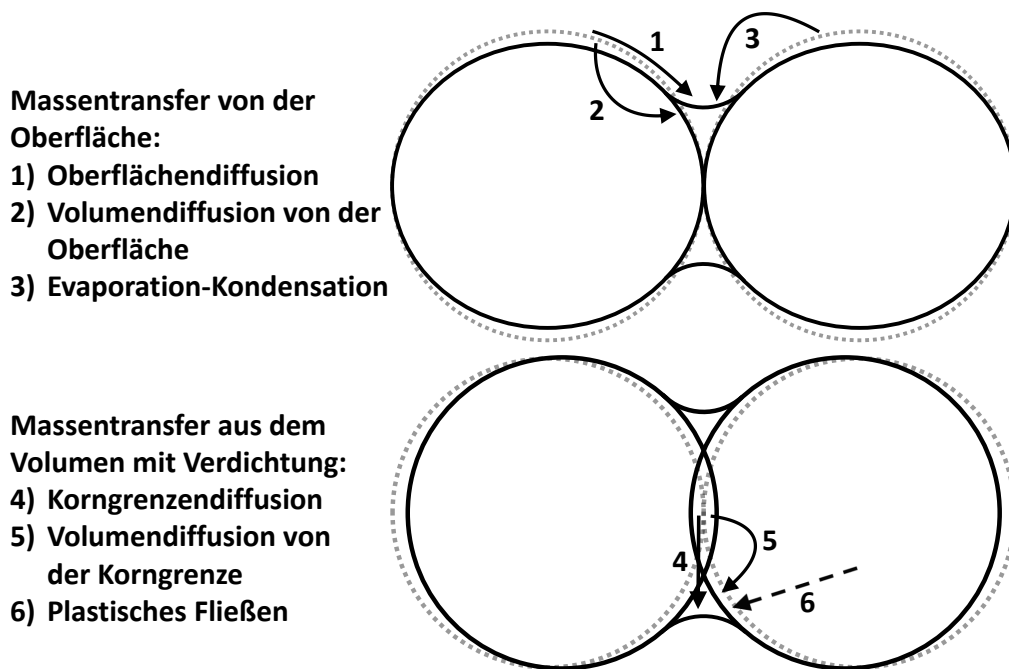


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Massentransferwege für die sechs verschiedenen Sintermechanismen am Beispiel eines Kugelpaares. Alle Mechanismen führen zur Ausbildung eines Sinterhalses im Bereich des Kontakts, wobei in der oberen Grafik die Fälle für Massentransfer von der Partikeloberfläche, welche zu keiner Verdichtung führen, und in der unteren Grafik die Fälle für Massentransfer aus dem Volumen bzw. der Korngrenze, welche zu einer Schrumpfung der Partikelstruktur führen, gezeigt sind. Die gestrichelten Kreise entsprechen der Ursprungsform und -position des Kugelpaares vor dem Sintern. (Nach German (1996) und De Jonghe und Rahaman (2003))

Bei allen Sintermechanismen über Volumen- bzw. Gitterdiffusion findet der Massentransport hin zur Verbindungsstelle der Partikel durch die Bewegung und den Positionsaustausch von Atomen und Leerstellen (mit Fluss in entgegengesetzter Richtung) durch das Gitter von kristallinen Festkörperpartikeln statt, wobei die Quellen freie Oberflächen, Korngrenzen und Gitterversetzungen sein können. Die Volumen-/Gitterdiffusion tritt meist bei hohen Temperaturen auf, und die dafür nötige Aktivierungsenergie steigt von der Oberflächendiffusion über die Korngrenzendiffusion hin zur Volumendiffusion, so dass die beiden ersteren Mechanismen häufiger vorkommen, vor allem bei kleinen Partikeln.

Bei der Oberflächendiffusion erfolgt der Massentransport durch die Bewegung von Atomen und Gitterleerstellen entlang der Partikeloberfläche. Oberflächendiffusion findet gehäuft bei geringeren Sintertemperaturen und vielen Metallen statt, ebenfalls je stärker die Oberflächenkrümmung ist und je mehr Defektstellen sich auf der Oberfläche befinden. Es handelt sich um ein Massentransportmechanismus, der eher in der Anfangsphase des Sinterprozesses auftritt und selten den kompletten Massenfluss bestimmt.

Bei der Korngrenzendiffusion wandern die Leerstellen und Atome entlang der Korngrenzen und führen zum Wachstum der Sinterhalse und einer Verdichtung der

Partikelstruktur. Korngrenzen sind Übergangsbereiche zwischen Kristalliten (auch Körner genannt) mit unterschiedlichen Gitterorientierungen und stellen Defektstellen des Kristallgitters dar. Korngrenzen können generell in kristallinen Materialien auftreten, jedoch werden im Zusammenhang des Sinterns damit im Speziellen die Kontaktstellen zwischen Partikeln aus kristallinem Festkörpermateriale bezeichnet. Korngrenzendiffusion spielt eine wichtige Rolle bei der Verdichtung von den meisten kristallinen Materialien, insbesondere von Metallen.

Bei amorphen Materialien, wie z. B. Gläsern und Polymeren, welche keine Korngrenzen aufweisen, führt viskoses Fließen zur Sinterhalsbildung und Verdichtung der Materialstruktur. Dabei erfolgt der Sinterprozess schneller, je geringer die Viskosität η des Materials ist, was gemäß $\eta \sim \exp(Q/(k_B T))$ bei hohen Temperaturen der Fall ist (Q : Aktivierungsenergie).

Plastisches Fließen tritt üblicherweise bei metallischen Materialien auf.

Die Abhängigkeit des Verhältnisses von Sinterhalsdurchmesser bzw. des Durchmessers der Kontaktstelle d_K zu Partikeldurchmesser d_P von der Sinterdauer t für die verschiedenen Sintermechanismen im Anfangsstadium lässt sich vereinfacht durch folgende Gleichung beschreiben

$$\left(\frac{d_K}{d_P}\right)^n = \frac{B}{d_P^m} t. \quad (2.6)$$

Der Term B sowie die Exponenten n und m werden in Tabelle 2.1 den Massentransportwegen zugeordnet.

Tabelle 2.1: Mechanismen des Massentransports beim Sintern im Anfangsstadium mit zugehörigen Parametern für Gleichung 2.6 (nach German (1996)).

Mechanismus	B	n	m	(d_K/d_P)
1) Oberflächendiffusion	$56D_O\gamma\Omega^{4/3}/(k_B T)$	7	4	$\sim T^{-1/7}$
3) Evaporation-Kondensation	$(3p\gamma/\rho^2)(\pi/2)^{1/2}(M/(k_B T))^{3/2}$	3	2	$\sim T^{-1/2}$
4) Korngrenzendiffusion	$20\delta D_{KG}\gamma\Omega/(k_B T)$	6	4	$\sim T^{-1/6}$
2), 5) Volumen-/Gitterdiffusion	$80D_V\gamma\Omega/(k_B T)$	5	3	$\sim T^{-1/5}$
Viskoses Fließen	$3\gamma/\eta$	2	1	
6) Plastisches Fließen	$9\pi\gamma b D_V/(k_B T)$	2	1	$\sim T^{-1/2}$

D_O : Oberflächendiffusivität, γ : Oberflächenenergie, Ω : Atomvolumen, k_B : Boltzmann-Konstante, T : absolute Temperatur, η : Viskosität, p : Dampfdruck, ρ : theoretische Dichte, M : Molekulargewicht, δ : Breite der Korngrenze, D_{KG} : Korngrenzendiffusivität, D_V : Volumendiffusivität, b : Burgers-Vektor¹

¹Der Burgers-Vektor gibt den atomaren Abstand einer Gitterversetzung an (Kittel 1999).

3 Messungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen

Die explizite Ermittlung der Werte für die Wärmeleitfähigkeit von Planetesimal-Analogproben erfolgt in dieser Arbeit durch eine Kombination aus experimentellen Messungen, welche Thema dieses Kapitels sind, und entsprechenden numerischen Modellrechnungen, die später in Kapitel 4 beschrieben werden. Zu den experimentellen Untersuchungen zählt vorrangig die Messung des Wärmetransports in zentimetergroßen Staubproben, welche als Planetesimal-Analoga fungieren, und Grundlage zum Abgleich mit den entsprechenden Modellierungsergebnissen ist. Diese Hauptmessungen wurden an SiO_2 -Staubproben mit unterschiedlicher Porosität, in gesintertem und ungesintertem Zustand durchgeführt. Anhand von Zusatzmessungen wurden spezielle Parameter genauer bestimmt, welche für die Modellierung wichtig zur möglichst genauen Widerspiegelung der realen Messungen sind, wie z. B. zur Temperaturanzeige der Wärmebildkamera und optischen Eigenschaften im Zusammenspiel von heizendem Laser und Staubprobe. Als ergänzende Messungen und vorbereitende Analyse für die Interpretation der zu bestimmenden Wärmeleitfähigkeit von gesinter-ten Staubproben wurden Untersuchungen mithilfe von Rasterelektronenmikroskopie (REM) durchgeführt.

3.1 Hauptmessungen

Bei den Hauptmessungen wurden die SiO_2 -Staubproben mit einem Laser geheizt und die zeitliche und räumliche Temperatursausbreitung auf deren Oberfläche mit einer Wärmebildkamera als Temperaturbilder aufgenommen. In den folgenden Abschnitten wird der zugehörige Experimentaufbau und Messablauf beschrieben sowie die Herstellung der Staubproben. Es wurden drei verschiedene Staubprobentypen untersucht, die sich in ihrem strukturellen Aufbau und der Porosität durch die Art der Herstellung voneinander unterscheiden, und zwar durch Pressen, Sieben und die RBD-Methode. Zusätzlich wurden gepresste Staubproben in einem Ofen bei verschiedenen Temperaturen geheizt, um verschiedene Sintergrade zu erzielen.

3.1.1 Experimentaufbau und Messablauf

Um die als sehr gering erwarteten Werte der Wärmeleitfähigkeit registrieren zu können, befand sich die Probe zur Messung der Aufheizung und Abkühlung in einer Vakuumkammer bei einem Druck von $\sim 10^{-5}$ mbar. Dadurch wurde gewährleistet, dass bei dem Wärmetransport in der Probe kein zusätzlicher Beitrag durch die Wärmeleitfähigkeit der Luft $k_{\text{Luft}} = 0,026 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (für $T = 20^\circ\text{C}$ und $p = 1$ bar (Baehr und Stephan 2013)) von Restgasmengen zur gemessenen Wärmeleitfähigkeit der Probe die Messergebnisse verfälscht bzw. dominiert. In der Vakuumkammer lag die zylinderförmige Staubprobe auf einem höhenverstellbaren Probenhalter, dessen Auflagefläche aus einer dicken Schicht Dämmstoffmaterial für Hausisolationen (*weber.therm plus ultra* der Firma Saint-Gobain Weber GmbH) bestand. Durch den geringen Wärmeleitfähigkeitswert von $0,022 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ des Dämmstoffs sollte verhindert werden, dass gegebenenfalls Wärme aus der Probe über den Probenhalter nach unten abgeleitet wird. Die Dicke der Proben war allerdings ausreichend, um zu verhindern, dass sich die Wärme von der mittig geheizten Probenoberfläche bis zum Boden oder äußeren Rand der Probe ausbreitet, was Modellierungsergebnisse für die Wärmeverteilung in der Tiefe der Probe zeigen konnten.

Außerhalb der Vakuumkammer waren die Wärmebildkamera, der Laser zum Heizen der Probe und eine Übersichtskamera zur Positionskontrolle des Laserstrahls angebracht. Bei der Wärmebildkamera (zukünftig auch IR-Kamera genannt) handelte es sich um ein portables Thermografie-System namens *VarioCAM*® der Firma InfraTec mit einem ungekühlten Mikrobolometer als Detektor, der für den Spektralbereich von $(7,5 - 14) \mu\text{m}$ ausgelegt ist. Der Laser für die Erwärmung der Staubprobe war ein fasergekoppelter Multimode-Diodenlaser mit angeschlossener Kollimationsoptik und einer Leistung von bis 4 W bei einer infraroten Wellenlänge von $\lambda_{\text{Laser}} \approx 813 \text{ nm}$ (demnach zukünftig auch IR-Laser genannt). Laut Herstellerangaben lässt sich mit dem angeschlossenen Faserkollimator mit integrierter Mikrofokusoptik ein Spot-Durchmesser des Lasers von $\sim (1 - 2) \text{ mm}$ erreichen, so dass die Erwärmung der Staubproben eher punktuell statt flächig erfolgte. (Eine genaue Untersuchung der Laserprofilform wird in Kapitel 3.2.2 vorgenommen.) Beide Kameras und der Laser erhielten durch jeweils einzelne Fenster im Deckelflansch der Vakuumkammer Durchsicht in das Innere der Vakuumkammer. Die Fenster für die Übersichtskamera und den Laser bestanden aus typischem Fensterglas (BK7), welches speziell entspiegelt und auf die Wellenlänge des Lasers abgestimmt vergütet wurde. Bei dem Fenstermaterial für die Wärmebildkamera handelte es sich um Germanium mit einem spektralen Durchlässigkeitsbereich von $\sim (2 - 23) \mu\text{m}$. Um die Laserpositionierung auf der Probenoberfläche sowie auch die spätere Modellierung zu vereinfachen, wurde der Laser vertikal zur Probenoberfläche angeordnet und die Wärmebildkamera in einem Winkel von $\sim 60^\circ$. Eine Prinzipskizze der wesentlichen Messkomponenten zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der Staubproben ist in Abbildung 3.1 zu sehen.

Zur Durchführung einer Wärmetransportmessung musste nach Einschalten der IR-Kamera zunächst deren Fokus auf die zu vermessende Probenoberfläche eingestellt werden. Dieser Prozess wird erleichtert, wenn prägnante Temperaturdifferenzen

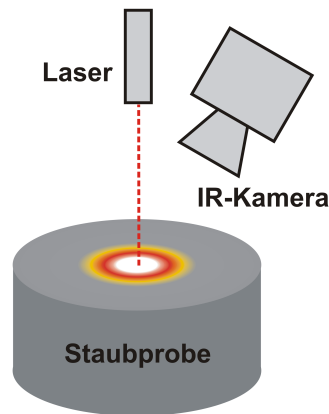


Abbildung 3.1: Skizze zum Messprinzip der Wärmeleitfähigkeit von zylinderförmigen Staubproben durch Heizung mit einem Laser und Temperaturmessung mithilfe einer Wärmebildkamera. (Nach Krause et al. (2011))

des scharf abzubildenden Objekts zu seiner Umgebung vorliegen. Um diesen Effekt gezielt ausnutzen zu können, wurde in die Dämmstoffauflage des Probenhalters auf gleicher Höhe mit der Probenoberfläche ein elektrischer Widerstand gesteckt, der durch Strom kurz erhitzt wurde. Der erwärmte Widerstand mit seinem Temperaturkontrast zu seiner Umgebung ermöglichte dann eine komfortable Einstellung des Kamerafokus. Der heizbare Widerstand diente nicht nur zum Einstellen des Fokus der IR-Kamera, sondern auch zur Bestimmung der räumlichen Auflösung der aufgenommenen IR-Bilder. Es wurden dabei charakteristische Bereiche des Widerstandes, wie z. B. die Dicke der zuleitenden Kabel sowie die Länge und Dicke des Widerstandes an verschiedenen Positionen mit einer Schieblehre vermessen und anhand der entsprechenden Pixelmaße in dem Bild der Wärmebildkamera der Umrechnungsfaktor von Pixel in z. B. Millimeter ermittelt.

Für die Durchführung der Temperaturmessungen wurde die Vakuumkammer zunächst mit der angeschlossenen Vorpumpe sanft abgepumpt, um ein Zerschlagen der fragilen Staubproben zu vermeiden, und danach mithilfe einer Turbopumpe der Druck auf einen stabilen Wert von $\sim 10^{-5}$ mbar gesenkt. Bei Erreichen dieses Vakuumzustands wurde die Probe mit dem IR-Laser für eine gewisse Zeitdauer geheizt und während der Aufheizphase der Probe durch eingeschalteten IR-Laser sowie der Abkühlphase nach Abschalten des Laser nahm die Wärmebildkamera kontinuierlich mit 50 Hz Bilder von der Probenoberfläche auf. Bei den durchgeführten Aufnahmen der Wärmebildkamera ergab sich eine durchschnittliche räumliche Auflösung von $\sim 0,3$ mm, die pro neu eingesetzter Probe jeweils genau bestimmt wurde. Für jede vermessene Probe wurden Aufheiz- und Abkühlzyklen für zehn verschiedene Intensitäten des Lasers aufgenommen. Um den Laserschutzrichtlinien gemäß vor unkontrollierten Reflexionen der Laserstrahlung Schutz zu bieten, befand sich die gesamte Messapparatur in einer Einhausung und bei Betrieb des Lasers wurden entsprechende Laserschutzbrillen getragen.

Um die von der IR-Kamera aufgenommenen Temperaturbilder mit den Ergeb-

nissen der entsprechenden Modellierung vergleichen zu können, wurden sie mithilfe der zugehörigen Kamera-Software *IRBIS* von InfraTec und speziell erstellten Programmen (umgesetzt mit *Interactive Data Language* (IDL)) bearbeitet. Zunächst wurden die Temperaturwerte der Bilder umgerechnet mit der Formel 3.2 aus Kapitel 3.2.1. Dann wurde nach Bestimmung des Temperaturmaximums der gesamten zeitlichen Aufnahmesequenz ausgehend von diesem Maximum als Zentrum in 1-Pixel-breiten Ellipsenringen (entsprechend der projizierten Sichtebeine durch die Neigung der Kamera von $\sim 30^\circ$ zur Probenoberflächennormalen) eine mittlere Temperatur bestimmt. Als Resultat dieser Prozedur ergibt sich ein Datensatz über die vom Heizzentrum des Lasers ausgehend (letztlich) kreissymmetrisch gemittelte zeitliche und räumliche Temperaturentwicklung der Probenoberflächentemperatur für den Vorgang des Aufheizens und Abkühlens. Die auf diese Weise aufbereiteten Messergebnisse sind zusammen mit den Modellierungsergebnissen in Kapitel 4.5 exemplarisch und in Anhang B.2 für alle in dieser Arbeit analysierten Proben grafisch als Temperaturverteilung in Abhängigkeit von Ort und Zeit dargestellt.

3.1.2 Herstellung der Staubproben

Für die Untersuchung der Wärmeleitfähigkeit von Staubproben verschiedener Porositäten wurde amorpher SiO_2 -Staub namens *sicastar*[®] der Firma micromod Partikeltechnologie GmbH verwendet, welcher nach Herstellerangaben aus unporösen, sphärischen Einzelpartikeln mit einem Durchmesser von $1,5\,\mu\text{m}$ und einer Dichte von $2000\,\text{kg m}^{-3}$ besteht. Dieses Material kann als protoplanetares Analogmaterial angesehen werden, über das umfangreiche Kenntnisse in Hinsicht seiner physikalischen Eigenschaften durch langjährige Erforschung und Verwendung vorliegen (siehe z. B. Blum et al. 2006, Güttler et al. 2010). Um Proben unterschiedlicher Porositäten bzw. Packungsdichten zu erhalten, wurden drei Probenarten mit jeweils verschiedenen Verfahren hergestellt: durch Pressen, durch Sieben und mithilfe der Random-Ballistic-Deposition-Methode. Die einzelnen Herstellungsmethoden werden in den folgenden Abschnitten näher erläutert. Die Begriffe Porosität P und Volumenfüllfaktor ϕ zur Beschreibung der Packungsdichte der Einzelteilchen bzw. Monomere in der Probe hängen dabei nach $P = 1 - \phi$ zusammen. Der Volumenfüllfaktor entspricht dabei dem Volumenanteil der Probe, der von der Masse der Einzelteilchen eingenommen wird nach

$$\phi = \frac{m}{V\rho_0}, \quad (3.1)$$

mit m der Masse und V dem Volumen der Probe sowie ρ_0 der Reindichte des Materials. Um den Volumenfüllfaktor der unterschiedlichen Staubprobenarten zu ermitteln, wurde die Masse der Probe durch Wiegen gemessen und das Volumen über Dimensionsabmessungen mithilfe einer Schieblehre bestimmt.

Gepresste Staubproben

Zur Herstellung gepresster Staubproben wurde der Staub in einen Hohlzylinder eingefüllt und mit einem Vollzylinder, dessen Durchmesser dem Innendurchmesser des Hohlzylinders entsprach, unter Einsatz des eigenen Körpergewichts der Staub im

Hohlzylinder auf eine feste Platte gepresst. Somit konnten Proben mit einem Durchmesser von 2,5 cm und beliebiger Höhe hergestellt werden (siehe Abb. 3.2(a)). Da der Vollzylinder die gleiche Höhe wie der Hohlzylinder aufwies, konnte die Höhe der resultierenden gepressten Staubprobe an dem herausragenden Teil des Stempels mit einer Schieblehre abgemessen werden.

Falls die Menge des in den Hohlzylinder eingefüllten Staubes zu gering abgeschätzt wurde, um eine bestimmte Probenhöhe zu erzielen, wurde der Staub wieder entnommen, locker zerkleinert und unter Zusatz von weiterem Staub erneut eingefüllt und gepresst. Auf diese Weise lassen sich jeweils mit einer homogenen Dichte gepresste Staubproben herstellen.

Mit der Methode des Pressens konnten Staubproben mit einem Volumenfüllfaktor von $\phi \approx 0,5$ hergestellt werden.

Gesiebte Staubproben

Mithilfe von drei Sieben verschiedener Maschenweite wurden Staubproben mit unterschiedlicher Agglomeratgröße und dementsprechend unterschiedlicher effektiver Porosität hergestellt. Bei der Herstellung wurde der Staub durch das Sieb geschabt bzw. gebürstet und in einem zylinderförmigen Plastikbehälter mit einem Innendurchmesser von 3,6 cm aufgefangen (siehe Abb. 3.2(b)). Der Plastikbehälter spielt für die spätere Modellierung keine Rolle, da sich der Bereich der Erwärmung der geheizten Probe nur auf wenige Millimeter beschränkt und nicht bis zum Behälterrand vordringt.

Durch das Siebverfahren konnten Proben mit einem Volumenfüllfaktor im Bereich von $\phi \approx 0,15 - 0,30$ produziert werden.

Der Volumenfüllfaktor der gesiebten Proben setzt sich zusammen aus dem Volumenfüllfaktor der einzelnen Agglomerate ϕ_{Agg} , die durch die Maschen des Siebes gelangen, und dem Volumenfüllfaktor ϕ_{AA} , die diese Agglomerate im Auffangbehälter nach dem Sieben als Staubprobe bilden. Die gesiebte Staubprobe ist somit ein Aggregat, welches aus kleineren Aggregaten gebildet wird, mit einem resultierenden Volumenfüllfaktor von $\phi = \phi_{Agg} \cdot \phi_{AA}$. Der resultierende Volumenfüllfaktor der gesiebten Proben ϕ konnte, wie im Eingangsabschnitt des Kapitels beschrieben, gemessen werden, jedoch nicht die der anderen zwei Volumenfüllfaktoren, welche letztendlich abgeschätzt wurden. Für die Abschätzung wird angenommen, dass die mit dem grobmaschigsten Sieb hergestellten Staubproben eine maximale Packungsdichte von $\phi_{AA} = 0,64$ haben, was der kompaktesten Anordnung einer zufälligen Schüttung von gleich großen Kugeln entspricht (im Englischen als „random close packing“ bezeichnet), womit sich für den Volumenfüllfaktor der einzelnen Aggregate $\phi_{Agg} = 0,45$ ergibt. Geht man zusätzlich davon aus, dass der Volumenfüllfaktor der gesiebten Aggregate unabhängig von der Maschenweite des verwendeten Siebes gleich groß ist, da das Material aus demselben Staubreservoir stammt, d.h. die gleiche Entstehungsgeschichte hat, und durch das Sieben lediglich in unterschiedliche Größen unterteilt wird, so erhält man die in Tabelle 3.1 aufgelisteten Werte für die einzelnen Volumenfüllfaktoren.

Tabelle 3.1: Resultierender Volumenfüllfaktor ϕ der gesiebten Staubproben, der sich aus dem Volumenfüllfaktor der einzelnen Aggregate ϕ_{Agg} und deren Packungsdichte in der Probe ϕ_{AA} für die drei Siebe mit unterschiedlichen Maschenweiten w_M ergibt. (Nach Krause et al. (2011))

w_M [mm]	ϕ (gemessen)	ϕ_{Agg} (geschätzt)	ϕ_{AA} (geschätzt)
0,50	0,29	0,45	0,64
0,25	0,24	0,45	0,53
0,15	0,16	0,45	0,35

Staubproben per Random-Ballistic-Deposition-Methode (RBD)

Um hochporöse Staubproben mit einem Volumenfüllfaktor von $\phi \approx 0,15$ herzustellen, wurde die Random-Ballistic-Deposition-Methode verwendet, welche von Blum und Schröpfer (2004) entwickelt wurde. Der englische Begriff Random-Ballistic-Deposition leitet sich von dem Prinzip ab, bei dem ein größeres Agglomerat wächst durch Anlagerung von Einzelpartikeln, welche sich auf ballistischen Bahnen bewegen, an zufällig verteilten Orten des Agglomerats auftreffen und dort haften bleiben. Bei der entsprechenden Apparatur zur Herstellung solcher Aggregate bzw. Proben wird zunächst der Staub mit einem schnell rotierenden Zahnrad in Einzelpartikel desagglomeriert. Die Einzelartikel koppeln an einen schwachen vorhandenen Luftstrom an, werden von ihm durch ein Siphon geleitet und sedimentieren an seinem Ende auf einen Filter. Die S-Form des Siphons ermöglicht dabei die Separierung größerer Partikel, welche sich in seiner Neige anlagern und nicht bis zu dem Filter gelangen.

Mit dieser Methode ist es möglich, zylinderförmige Staubproben mit einem Durchmesser von 2,5 cm und einer Höhe von einigen Millimetern herzustellen (siehe Abb. 3.2(c)).

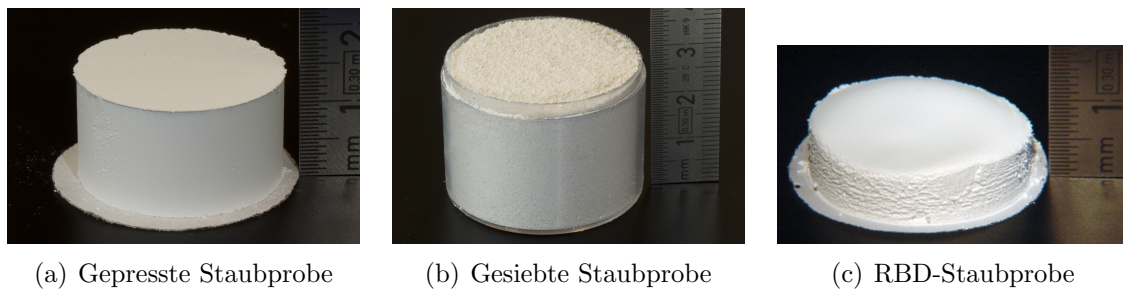


Abbildung 3.2: Beispielbilder für die mit drei unterschiedlichen Verfahren hergestellten Staubprobenarten. (Aus Krause et al. (2011))

Sintern der Staubproben

Um die Proben, welche vorher durch Pressen, Sieben oder die RBD-Methode hergestellt wurden, zu sintern, wurde ein Brennofen der Firma UHLIG verwendet.

Der Ofen kann bis zu einer Maximaltemperatur von 1473 K betrieben werden und lässt sich über einen Temperaturfühler (Typ NiCr-Ni), der in die Ofenmitte hineinragt, mit angeschlossenem Programmregler bedienen. Mit dem Programmregler ist es möglich, neben dem Modus des schnellstmöglichen Aufheizens ($\sim 5 \text{ K/min}$) eine bestimmte Aufheizgeschwindigkeit zu wählen, sowie die Zieltemperatur und die Brenndauer bei der Zieltemperatur vorzugeben. Die Genauigkeit der Temperaturanzeige des Ofens wurde mithilfe von Thermoringen überprüft und lässt sich demnach auf eine Unsicherheit von $\pm 3 \text{ K}$ abschätzen. Bei den Thermoringen (auch PTCR nach der englischen Bezeichnung „Process Temperature Control Ring“ genannt) handelt es sich um keramische Messringe, die aufgrund energieabhängiger Änderung des Durchmessers eine genaue Bestimmung der tatsächlichen Ofentemperatur zulassen. Im Rahmen ihrer Masterarbeit hat Kristin Wolling verschiedene gepresste und gesiebte Proben hergestellt und in dem Ofen zum Sintern 10 h bei den Temperaturen $T_1 = 1050^\circ\text{C} \approx 1323 \text{ K}$, $T_2 = 1100^\circ\text{C} \approx 1373 \text{ K}$ und $T_3 = 1150^\circ\text{C} \approx 1423 \text{ K}$ geheizt. Für die hier vorliegende Arbeit wurden davon nur Exemplare der gepressten gesinterten Proben verwendet. Um zu verhindern, dass die Proben durch zu abruptes Aufheizen des Ofens auseinanderbrechen, wurden sie zunächst mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 1 K/min bis zu einer Temperatur von 573 K erwärmt und danach im Modus der maximalen Aufheizgeschwindigkeit bis zur Zieltemperatur aufgeheizt (Wolling 2012). Die Wahl für die Dauer der konstanten Temperatureinwirkung von 10 h während der Brennphase hat sich aus vergleichenden Untersuchungen mithilfe der Raster-Elektronen-Mikroskopie von Proben, welche unterschiedlich langen Heizzeiten ausgesetzt wurden, ergeben. Erst bei einer konstanten Temperatureinwirkung mit der Dauer von 10 h konnte eine homogene Verteilung von gleich groß entwickelten Sinterhälsen innerhalb der gesamten Probe beobachtet werden. Kürzere Brenndauern ergaben einen Abfall der Sinterhalsgröße zur Probenmitte hin.

Parameterübersicht der analysierten Messungen

In folgender Tabelle 3.2 wird eine Übersicht der in dieser Arbeit untersuchten Staubproben mit zugehörigen relevanten Messparametern gegeben. Exemplarisch wurden für jeden Staubprobentyp der Kategorie: gepresst, gesiebt und mit der RBD-Methode hergestellt, zwei bis vier Proben gewählt. Bei den gepressten ungesinterten Proben handelt es sich insgesamt um zwei verschiedene Staubproben C1 und C2, die jeweils bei unterschiedlichen Laserintensitäten geheizt wurden, was mit dem Namenszusatz a und b gekennzeichnet wird. Um den Einfluss des Sinterprozesses auf die Wärmeleitfähigkeit zu analysieren, wurden für die drei unterschiedlichen Sintertemperaturen jeweils zwei bis drei gepresste Staubproben verwendet. Von den durchgeführten Messungen bei variierter Intensität des IR-Lasers wurden Messsequenzen mit (nahezu) gleicher Laserleistung für die Auswertung herangezogen und nur bei den gepressten und gesiebt Proben eine (zusätzlich) geringere. Ebenfalls in der Tabelle angegeben werden der Volumenfüllfaktor der Proben sowie bei den gesinterten die Sintertemperatur.

Tabelle 3.2: Parameter der Messungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der in dieser Arbeit ausgewerteten Staubproben. Neben der Probenbezeichnung und der Probenart ist mit ϕ der Volumenfüllfaktor und mit P_{Laser} die Leistung des IR-Lasers angegeben. (Anmerkung: Die Probe C1b entspricht der Probe C1 aus dem Modellierungsverfahren I bzw. Krause et al. (2011).)

Probe	Probenart	ϕ	P_{Laser} [W]
C1a	gepresst	$0,54 \pm 0,01$	$0,96 \pm 0,03$
C1b	gepresst	$0,54 \pm 0,01$	$1,89 \pm 0,04$
C2a	gepresst	$0,50 \pm 0,01$	$0,96 \pm 0,03$
C2b	gepresst	$0,50 \pm 0,01$	$1,89 \pm 0,04$
C_T1_02_08	gepresst, gesintert ($T_1 \approx 1323$ K)	$0,60 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
C_T1_04_44	gepresst, gesintert ($T_1 \approx 1323$ K)	$0,60 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
C_T2_03_04	gepresst, gesintert ($T_2 \approx 1373$ K)	$0,63 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
C_T2_05_25	gepresst, gesintert ($T_2 \approx 1373$ K)	$0,63 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
C_T3_04_01	gepresst, gesintert ($T_3 \approx 1423$ K)	$0,69 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
C_T3_04_38	gepresst, gesintert ($T_3 \approx 1423$ K)	$0,69 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
C_T3_07_05	gepresst, gesintert ($T_3 \approx 1423$ K)	$0,69 \pm 0,01$	$1,72 \pm 0,03$
S1	gesiebt, $w_M = 0,50$ mm	$0,29 \pm 0,01$	$0,96 \pm 0,03$
S2	gesiebt, $w_M = 0,25$ mm	$0,24 \pm 0,01$	$0,96 \pm 0,03$
S3	gesiebt, $w_M = 0,15$ mm	$0,16 \pm 0,01$	$0,96 \pm 0,03$
RBD1	RBD	$0,15 \pm 0,01$ ^a	$1,89 \pm 0,04$
RBD2	RBD	$0,15 \pm 0,01$ ^a	$1,89 \pm 0,04$

^a Blum und Schröpler (2004)

3.2 Zusatzmessungen

Zur Bereitstellung wichtiger Eingabeparameter für die Bildung des Modells aus Kapitel 4 mussten zusätzliche Messungen durchgeführt werden, die Inhalt folgender Abschnitte sind. Eine dabei wesentliche Messung betrifft die Kalibration der Temperaturanzeige der Wärmebildkamera durch einen Vergleich mit einem Thermoelement. Für eine realistische Wiedergabe der heizenden Laserstrahlung im Modell wurde das auf der Probenoberfläche auftreffende Laserprofil bestimmt und die Eindringtiefe der Laserstrahlung in die Probe in Form einer Transmissionsmessung abgeschätzt. Das Reflexionsverhalten der Staubproben bezüglich der Laserstrahlung wurde an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) durch Messung der Albedo ermittelt.

3.2.1 Temperaturkalibrierung der Wärmebildkamera

Da das Messprinzip der IR-Kamera auf dem Stefan-Boltzmann-Gesetz beruht, d. h. die einfallende Wärmestrahlung wird von dem Detektor als eine Signalspannung

nach $U \sim \varepsilon T^4$ registriert, hängt die gemessene Temperatur stark von dem Emissionsgrad des Objekts ab. Für eine korrekte Temperaturmessung müsste demnach der Emissionsgrad der zu vermessenden Staubproben bzw. des dafür verwendeten Materials SiO_2 bekannt sein, was nicht der Fall war. Eine gängige Methode zur Bestimmung des Emissionsgrades ist eine Vergleichsmessung mithilfe eines Thermoelements, bei der in der Wärmebildkamera der Wert des Emissionsgrades solange angepasst wird, bis beide Temperaturmessgeräte den gleichen Wert anzeigen. Erste Vergleichsmessungen mit einem Thermoelement bei Raumtemperatur ergaben jedoch, dass die Temperaturanzeige der IR-Kamera bei der Standardeinstellung von $\varepsilon = 1$ im Vergleich zu der des Thermoelements zu hohe Werte lieferte und eine Verringerung des Emissionsgrades in der Kamera diesen Effekt nur verstärkte. Da durch die Methode der Variation des Emissionsgrades somit keine Übereinstimmung bei der Temperaturanzeigen erzielt werden konnte, wurde eine Vergleichsmessung über einen Temperaturbereich von $\sim (25 - 220)^\circ\text{C}$ durchgeführt, mit der die Temperaturwerte der IR-Kamera bei einer Einstellung von $\varepsilon = 1$ direkt in die als wahr angenommene Temperaturwerte des Thermoelements umgerechnet werden können.

Für diese Vergleichsmessung wurde jedoch anstelle der Staubproben eine handelsübliche Herdplatte verwendet, da diese den gleichen Emissionsgrad wie die SiO_2 -Staubproben hat, was durch Gleichheit der Temperaturwerte von IR-Kamera und Thermoelement überprüft wurde, und sich praktischerweise direkt heizen lässt. Um dem Experimentaufbau bei den Hauptmessungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der Proben zu entsprechen, wurde in den Strahlengang zwischen Herdplatte und Wärmebildkamera das Germanium(Ge)-Fenster des Deckelflansches der Vakuumkammer eingebaut. Der Temperaturabgleich erfolgte in der Phase der Abkühlung der Herdplatte mit einem kontaktierenden NiCr/Ni-Thermoelement (Typ K), wobei das Ge-Fenster während der Messung in gleichmäßigen zeitlichen Abständen abwechselnd in und aus den Strahlengang geschwenkt wurde. Die Ergebnisse für die Vergleichsmessungen mit und ohne dem Ge-Fenster sind in Abbildung 3.3 als graue Kurven zu sehen mit jeweils zugehörigen Ausgleichsgeraden zur Umrechnung der Temperaturanzeige der Wärmebildkamera T_{WBK} in die als korrekt angenommenen Werte der Thermoelement-Temperaturanzeige T_{TE} gemäß

$$T_{\text{TE}} = 1,762 + 0,949 \cdot T_{\text{WBK+Ge-Fenster}} \quad (3.2)$$

für die Messkurve mit Durchsicht durch das Germanium-Fenster (schwarz-gestrichelte Linie) und für den Fall ohne Fenster (schwarz-gepunktete Linie) nach

$$T_{\text{TE}} = 10,823 + 0,533 \cdot T_{\text{WBK}}. \quad (3.3)$$

Für die in dieser Arbeit durchgeführten Temperatur-Messungen von den SiO_2 -Staubproben mit der IR-Kamera wurde demnach bei einer Standardkameraeinstellung von $\varepsilon = 1$ die Gleichung 3.2 zur Umrechnung verwendet.

Durch die vergleichende Darstellung in Abbildung 3.3 sieht man, dass ab einer Temperatur von $\sim 22^\circ\text{C}$ die Temperaturanzeige der Wärmebildkamera höher als die des Thermoelements liegt, und zwar wesentlich höher im Fall der Messung ohne Ge-Fenster als im Fall mit, welche fast dem Idealfall von identischen Temperaturwerten beider Messmethoden entspricht. Das Verhältnis der Ausgleichsgeradensteigungen

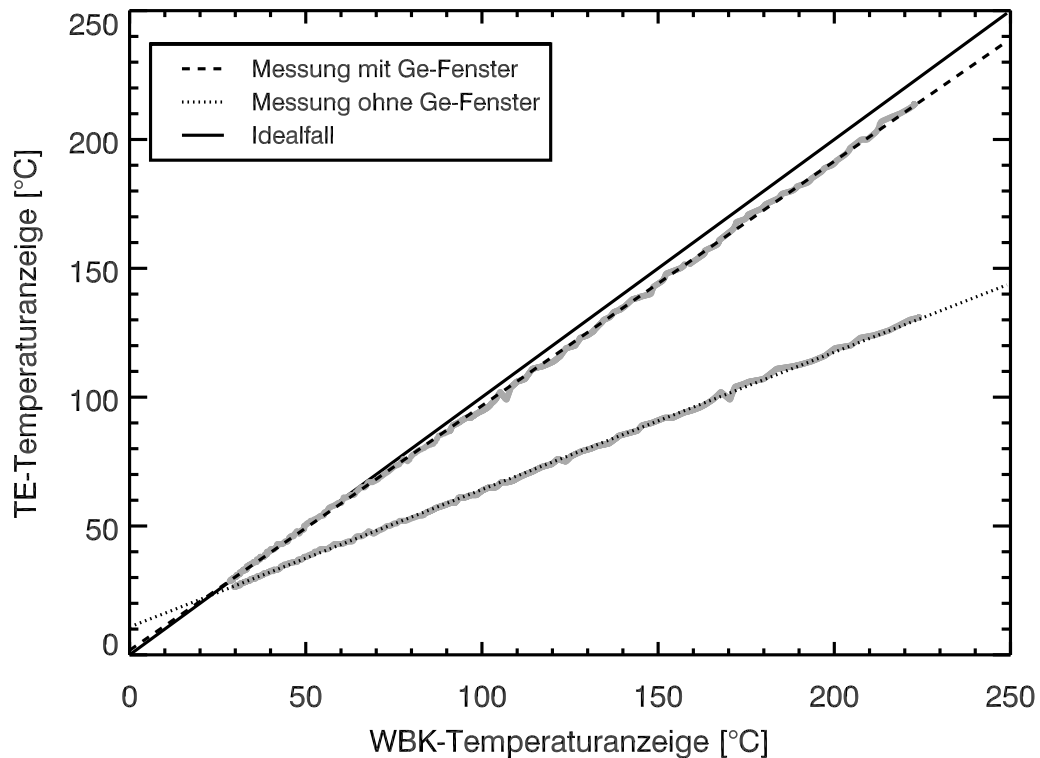


Abbildung 3.3: Messvergleich der Temperaturanzeige zwischen Thermoelement und Wärmebildkamera (WBK) mit und ohne Germanium(Ge)-Fenster im Strahlengang anhand einer abkühlenden Herdplatte. Die jeweiligen Messwerte sind als graue Kurve dargestellt und die angepassten Geraden als schwarze Linie für die Messung mit Ge-Fenster in gestrichelter Form (siehe Gl. 3.2) und für den Fall ohne in gepunkteter Form (siehe Gl. 3.3), wobei die durchgezogene Linie dem Idealfall von übereinstimmenden Temperaturanzeigen entspricht.

der Messkurven mit und ohne Ge-Fenster entspricht dabei dem Grad der Transmission des Ge-Fensters von $\sim 0,56$ für die vorliegende Wärmestrahlung.

3.2.2 Laserprofil und Laserleistung

Um den im Experiment verwendeten IR-Laser so real wie möglich für die spätere Modellierung (siehe Kapitel 4) implementieren zu können, wurde die Profilform des Laserstrahls vermessen. Die Bestimmung der Laserprofilform konnte im Rahmen der Messungen für das Transmissionsvermögens der Staubproben bezüglich der Laserstrahlung (siehe nächstes Kapitel 3.2.3) durchgeführt werden. Als Basis dient das Grauwertbild des Laserstrahlquerschnitts, das ohne Staubprobe im Strahlengang aufgenommen wurde. In diesem Bild wurde das Zentrum des Laserpeaks als Intensitätsschwerpunkt durch eine Grauwertwichtung ermittelt und von diesem Mittelpunkt ausgehend in 1-Pixel-breiten Kreisringen der mittlere Grauwert je Abstand x vom Zentrum berechnet. Zu diesem auf sein Maximum normiertes eindimensionales Laserprofil, welches in Abbildung 3.4 dargestellt ist, wurde als Näherung eine Gauß-Funktion $I_G(x) = \exp(-1/2 (x/\sigma_G)^2)$ angepasst. Die Breite bzw. Standardab-

weichung der angepassten Gauß-Funktion ergab sich zu $\sigma_G = 0,85$ mm.

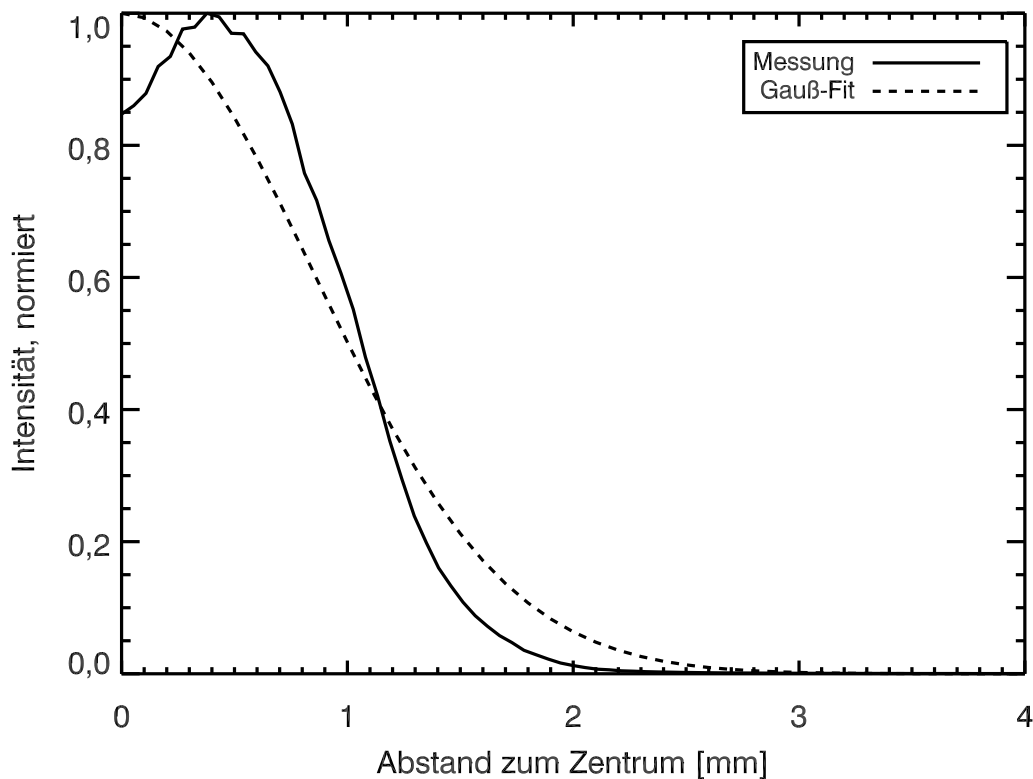


Abbildung 3.4: Gemessenes, auf den Maximalwert normiertes Intensitätsprofil des IR-Lasers (durchgezogene Linie) und angepasste Gauß-Funktion (gestrichelte Linie).

Zusätzlich zur Messung der Laserprofilform wurde die Leistung des IR-Lasers in Abhängigkeit seiner Betriebsspannung bestimmt, welche bei den Hauptmessungen für jede Probe mit zehn unterschiedlichen Werten eingesetzt wurde. Die Untersuchung der Laserleistung erfolgte mithilfe eines analogen Bolometers von *Spectra-Physics* (Newport Cooperation) und wurde für verschiedene Abstände zwischen Laser und Bolometerfront mit und ohne dazwischenliegendes Ge-Fenster durchgeführt. Die Messungen ergaben keinen systematisch erkennbaren Unterschied für das in der Sichtlinie eingebrachte Ge-Fenster, so dass davon ausgegangen werden kann, dass durch das Fenster in der Versuchsanordnung der Hauptmessungen keine (bzw. keine merkbare) Leistung des Lasers absorbiert wird. Anhand der Messergebnisse konnte eine Formel zur Umrechnung der Betriebsspannung des IR-Lasers in die entsprechende Leistung, welche die in einem bestimmten Abstand befindliche Probe erreicht, ermittelt werden. Die in Tabelle 3.2 angegebenen Werte für die Laserleistung P_{Laser} stammen aus dieser Umrechnung.

3.2.3 Eindringtiefe und Transmission der Laserstrahlung

Um für die Modellierung in Kapitel 4 geeignete Initialwerte für die Eindringtiefe s_{Laser} der Laserstrahlung in die Staubproben abschätzen zu können, wurde die

Durchlässigkeit der Laserstrahlung für unterschiedlich dicke Staubproben bestimmt. Um das Transmissionsvermögen der Staubproben bezüglich der Laserstrahlung messen zu können, wurden die zylinderförmigen Proben senkrecht zu ihrer kreisförmigen Oberfläche mit dem IR-Laser, welcher auch für die Messung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit verwendet wurde, beleuchtet und auf der anderen Seite der Probe die durchgelassene Strahlungsintensität des Lasers mithilfe einer Monochromkamera der Firma *The Imaging Source* in Form von Grauwertbildern aufgenommen. Der zugehörige Messaufbau bestand aus einem vertikal aufgebauten Strahlengang mit folgender Reihenfolge: 1. IR-Laser (mit Kollimator-Optik), 2. Probe, 3. Glasplatte zur Halterung der Probe, 4. Graufilter, 5. Kamera mit Objektiv. Die Graufilter wurden zur Intensitätsabschwächung der Laserstrahlung benötigt, damit das von der Kamera aufgenommene Grauwertbild des Laserstrahlquerschnitts im Bereich der 256 Graustufen liegt und nicht bei zu hoher Intensität in den Bereich der Sättigung gelangt bzw. den CCD-Sensor der Kamera beschädigt. Um diese Bedingung erfüllen zu können, wurden drei Graufilter mit unterschiedlicher Strahlungsdurchlässigkeit verwendet und bei Bedarf miteinander kombiniert.

Es kann allgemein davon ausgegangen werden, dass die auf die Staubprobe treffende Strahlung des IR-Lasers zum Teil an der Probenoberfläche reflektiert wird, zum Teil in die Probe eindringt und dort absorbiert wird und der gegebenenfalls verbleibende Anteil, der nicht absorbiert wird, durch die Probe hindurch gelangt und sie als transmittierte Strahlung verlässt. Die Absorption in dem Material der Probe bewirkt gemäß dem Lambert-Beer'schen Gesetz eine exponentielle Abschwächung der Strahlungsintensität entlang der durchlaufenen Strecke durch das Material. Insgesamt erhält man aus der Bilanz von auftreffender Strahlung, welche nicht reflektiert wird, Abschwächung der Strahlung durch Absorption im Probenmaterial und transmittierter Strahlung die Gleichung

$$I_d = f_{\text{ein}} I_0 \exp\left(-\frac{d}{s_{\text{Laser}}}\right). \quad (3.4)$$

Hierbei bezeichnet I_0 die auf die Probe auftreffende Strahlung, $f_{\text{ein}} (\leq 1)$ den Anteil der auftreffenden Strahlung, der in die Probe eindringt, d. h. nicht an der Oberfläche reflektiert wird, s_{Laser} den reziproken Extinktionskoeffizienten (bzw. reziproken Absorptionskoeffizienten oder auch Eindringtiefe genannt) und I_d die nach der Schichtdicke d durchgelassene Strahlungsintensität. (Bei der Modellierung in Kapitel 4 wird der Vorfaktor zur Bestimmung des nicht an der Probenoberfläche reflektierten Anteils der Laserstrahlung mithilfe der Albedo a , welche das Reflexionsvermögen eines Körpers beschreibt, entsprechend zu $f_{\text{ein}} = (1 - a)$ verwendet.)

In den Messungen wird zum einen ohne Probe im Strahlengang die Intensität der einfallenden Strahlung I_0 und zum anderen mit Probe im Strahlengang für verschiedene Probendicken die transmittierte Strahlungsintensität I_d bestimmt. Das Verhältnis aus beiden Intensitäten ergibt den Transmissionsgrad $\tau = I_d/I_0$. Aus dem funktionellen Zusammenhang von Transmissionsgrad in Abhängigkeit verschiedener Schichtdicken lässt sich sowohl der von der Probenoberfläche absorbierte, d. h. nicht reflektierte, Strahlungsanteil f_{ein} als auch die Eindringtiefe s_{Laser} der Laserstrahlung bestimmen.

Für die Auswertung der aufgenommenen Graustufenbilder des Laserstrahlquer-

schnitts mit und ohne Probe im Strahlengang wurden die Bilder den verwendeten Graufiltern entsprechend faktoriell in ihrer Helligkeit korrigiert, so dass sie die realen Intensitätswerte wiedergeben. Dann wurden die Bilder ohne Probe im Strahlengang dividiert durch die Bilder mit Probe im Strahlengang und der mittlere Grauwert berechnet, welcher dem Transmissionsgrad τ in Abhängigkeit der Probendicke entspricht. Für die gesiebten Proben und die RBD-Proben, bei denen zusätzlich zur eigentlichen Staubprobe noch der Plastikbecher bzw. der Filter im Strahlengang liegt, wurde das Bild ohne Staubprobe zwar ohne Staub aber mit Plastikbecher bzw. Filter aufgenommen, um zu gewährleisten, dass bei der Bestimmung des Transmissionsgrades tatsächlich nur die Abschwächung der Laserstrahlung durch die Staubprobe gemessen wird. Wird der Transmissionsgrad logarithmisch gegen die Probendicke aufgetragen, wie in Abbildung 3.5 zu sehen, und eine Gerade für jede der drei Probenarten angepasst, so ergeben sich aus dem Zusammenhang von Gleichung 3.4 für den nicht reflektierten Strahlungsanteil f_{ein} (entspricht dem Ordinatenschnittpunkt der Geraden) und die Eindringtiefe s_{Laser} (entspricht der negativen reziproken Geradensteigung) der Laserstrahlung die in Tabelle 3.3 zusammengefassten Werte. Für die Auswertung des Transmissionsvermögens wurden die Messdaten der mit drei unterschiedlich weitmaschigen Sieben hergestellten Staubproben zusammengefasst, da in den Messergebnissen keine unterscheidbare Systematik zu erkennen war, die eine gesonderte Auswertung nahelegt. Die Messergebnisse für den Transmissionsgrad zeigen an, dass mit zunehmender Probendicke, wie nach Gleichung 3.4 erwartet, die Abschwächung der die Probe durchdringenden Laserstrahlung exponentiell erfolgt, und zwar für die gepressten und gesiebten Proben ähnlich stark und für die RBD-Proben etwas schwächer. Die ermittelte Tendenz, dass der Faktor f_{ein} , als nicht-reflektierter Strahlungsanteil, zunimmt in der Reihenfolge der Herstellungsarten: Pressen, Sieben, RBD-Methode, bedeutet gleichzeitig die Abnahme des Reflexionsgrades bzw. der Albedo a der Probenarten bezüglich der Laserstrahlung in gleicher Reihenfolge. Unter Berücksichtigung der ebenfalls abnehmenden Volumenfüllfaktoren für die genannte Probenreihenfolge zeigt sich demnach ein nachvollziehbar erhöhtes Reflexionsvermögen an der Probenoberfläche, je dichter die Monomere liegen.

Tabelle 3.3: Ergebnisse für den in die Probe eindringenden Anteil f_{ein} der Laserstrahlung und die Eindringtiefe s_{Laser} aus der Geradenanpassung bezüglich der in Abbildung 3.5 gezeigten Messwerte zum Transmissionsvermögen der drei Staubprobenarten in Abhängigkeit der Probendicke. Aus dem Zusammenhang $f_{\text{ein}} = (1 - a)$ ist zusätzlich die resultierende Albedo $a(\lambda_{\text{Laser}})$ der Staubproben angegeben.

Proben	f_{ein}	s_{Laser} [mm]	$a = 1 - f_{\text{ein}}$
gepresst	$1,44 \cdot 10^{-5}$	0,343	0,99999
gesiebt	$3,54 \cdot 10^{-4}$	0,349	0,99965
RBD	0,102	0,737	0,89800

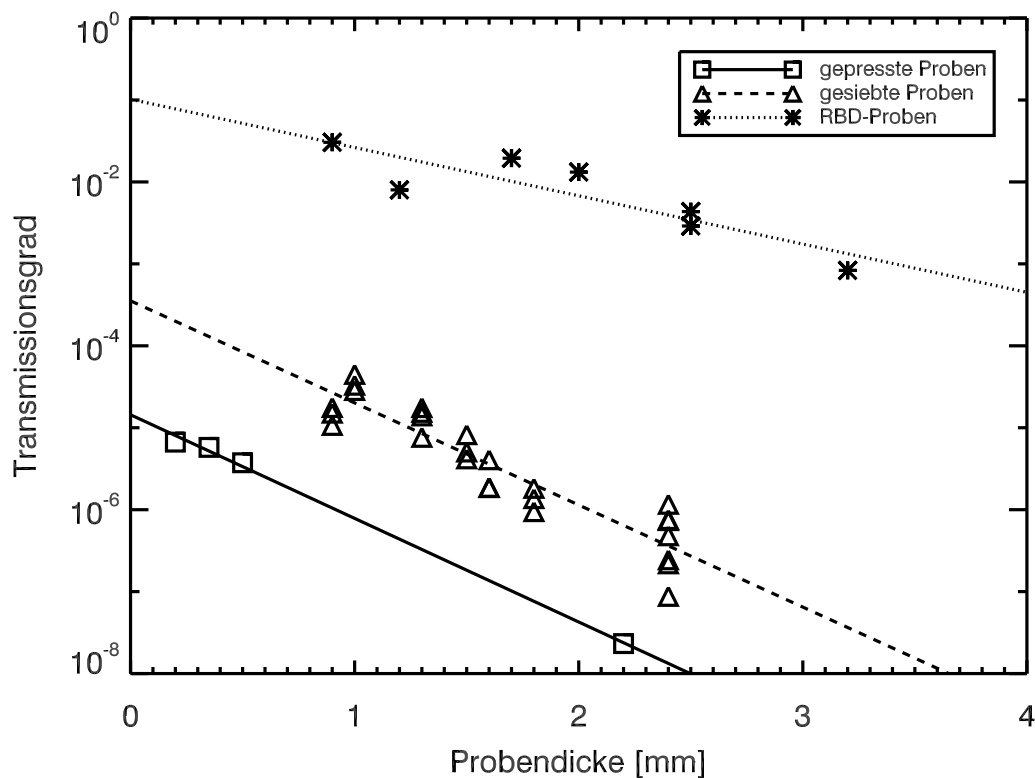


Abbildung 3.5: Transmissionsgrad der IR-Laser-Strahlung für gepresste, gesiebte und mit der RBD-Methode hergestellte Staubproben in Abhängigkeit der Probendicke.

3.2.4 Albedo der Staubproben

Um bei der Modellierung in Kapitel 4 die Energiebilanz an der Probenoberfläche genau zu simulieren, muss der Anteil der von der Staubprobe aufgenommenen, d. h. nicht-reflektierten Laserstrahlung als Vorfaktor $(1 - a)$, mit der Albedo a (Reflexionsgrad) bekannt sein bzw. abgeschätzt werden. An der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) war es möglich, die Albedo einer gepressten SiO_2 -Staubprobe für die IR-Laser-Wellenlänge von $\lambda_{\text{Laser}} = 813 \text{ nm}$ zu $a \approx 0,983$ bestimmen zu lassen. Die Beschränkung auf eine Staubprobe der gepressten Art ist darin begründet, dass für die Messvorrichtung die Probe senkrecht montiert werden muss, was bei fragileren Probenarten wie bei den gesiebten oder den RBD-Proben nicht möglich gewesen wäre. Die Messung wurde mit einem Gonioreflektometer durchgeführt, mit dem die Untersuchung von diffusem Reflexionsverhalten in drei Dimensionen möglich ist (Höpe und Hauer 2010). Dabei wird die zu vermessende Probe in einem vorgegebenen Winkel von einer Lichtquelle mit bestimmter Wellenlänge bestrahlt und von einem Monochromator die von der Probenoberfläche reflektierte Strahlung für wählbare Abstrahlwinkel detektiert. Für unsere Probe wurde der Messaufwand reduziert auf eine feste Winkelanordnung, bei der die Probenoberfläche senkrecht beleuchtet wurde und der Detektor in einem Winkel von 45° zur Probennormalen stand. Der resultierende Wert für den Reflexionsgrad bzw. die Albedo unserer Probe wurde schließlich durch Abgleich mit Messergebnissen unter gleichen Bedingungen von sogenannten Weißstandards ermittelt.

3.3 Untersuchung gesinterter Staubproben durch REM

Da in dieser Arbeit die Wärmeleitfähigkeit auch in Abhängigkeit des Sintergrades untersucht werden soll, um den Wärmetransport von thermisch prozessierten Planetesimalen abschätzen zu können, muss zunächst für die bei verschiedenen Temperaturen gesinterter Proben der Sintergrad bestimmt werden. Dazu wurde als Maß für den temperaturabhängigen Sinterzustand der Durchmesser der sich beim Sintern ausbildenden Kontaktstellen (Sinterhälsen) von sich berührenden mikrometergroßen Einzelpartikeln gewählt und mithilfe des bildgebenden Verfahrens der Rasterelektronenmikroskopie (REM) ausgemessen.

Um die Ausbildung von Sinterhälsen bei den Staubproben, die 10 h lang im Ofen jeweils bei den Temperaturen $T_1 = 1050^\circ\text{C} \approx 1323\text{ K}$, $T_2 = 1100^\circ\text{C} \approx 1373\text{ K}$ und $T_3 = 1150^\circ\text{C} \approx 1423\text{ K}$ erhitzt wurden, zu untersuchen, wurde das LEO 1550 Rasterelektronenmikroskop von ZEISS am Institut für Werkstoffe der TU Braunschweig verwendet. Die in dieser Arbeit verwendeten REM-Aufnahmen von gesinterter Staubproben wurden von Kristin Wolling im Rahmen ihrer Masterarbeit und mit Hilfe eines Technikers erstellt. Zur Vorbereitung der Proben für das REM mussten diese zerkleinert werden, um eine dünne Schicht weniger Monolagen zu erhalten. Um die elektrische Leitfähigkeit des Probenmaterials zu erhöhen, wurde das für das REM präparierte Probenmaterial mit einer dünnen Schicht Gold durch Sputtern versehen.

Für das Abmessen der Durchmesser von Sinterhälsen zwischen sich berührenden Partikeln in den REM-Aufnahmen bieten sich zwei Möglichkeiten an. Zum einen die Längenmessung der Kontaktstelle für den Fall, dass die beiden sich berührenden Einzelpartikel parallel zur Bildebene liegen, und zum anderen anhand von gebrochenen Sinterhälsen, die durch das Zerkleinern der Staubproben entstanden sind. Das Ausmessen der Sinterhälsen im Kontakt zwischen zwei Partikeln erwies sich als sehr schwierig, da es nur wenige parallel zur Bildebene ausgerichtete Partikel gab und der Bereich des Kontakts im Partikelschatten liegt, wodurch nur ungenau die Begrenzung der Kontaktlänge senkrecht zur Verbindungsachse der Partikel festzustellen ist. Für die Auswertung dieser Arbeit wurde der Durchmesser der Sinterhälsen nur mittels Ausmessen von gebrochenen Verbindungsstellen bestimmt. Bei der Auswahl geeigneter Bruchstellen zum Vermessen musste kritisch abgeschätzt werden, ob es sich tatsächlich um die kleinste Kontaktstelle vormals sich berührender Partikel handelt, da einige gebrochenen Verbindungen größer sind als die engste Stelle des Sinterhalses, weil entweder mehr von dem Partikel weggebrochen ist oder Reste des anderen Partikels haften geblieben sind. In Abbildung 3.6 sind Beispiele für REM-Aufnahmen von gesinterter gepresster Staubproben gezeigt, wobei die Probe im oberen Bild bei einer Temperatur von $T_1 \approx 1323\text{ K}$, im mittleren Bild bei $T_2 \approx 1373\text{ K}$ und im unteren Bild bei $T_3 \approx 1423\text{ K}$ jeweils 10 h lang gesintert wurde. In den Bildern sind mit Zahlen die vermessenen Bruchstellen und mit P# die Monomere, an denen der Durchmesser bestimmt wurde, markiert.

Die statistische Auswertung der vermessenen Sinterhalsdurchmesser in Abhän-

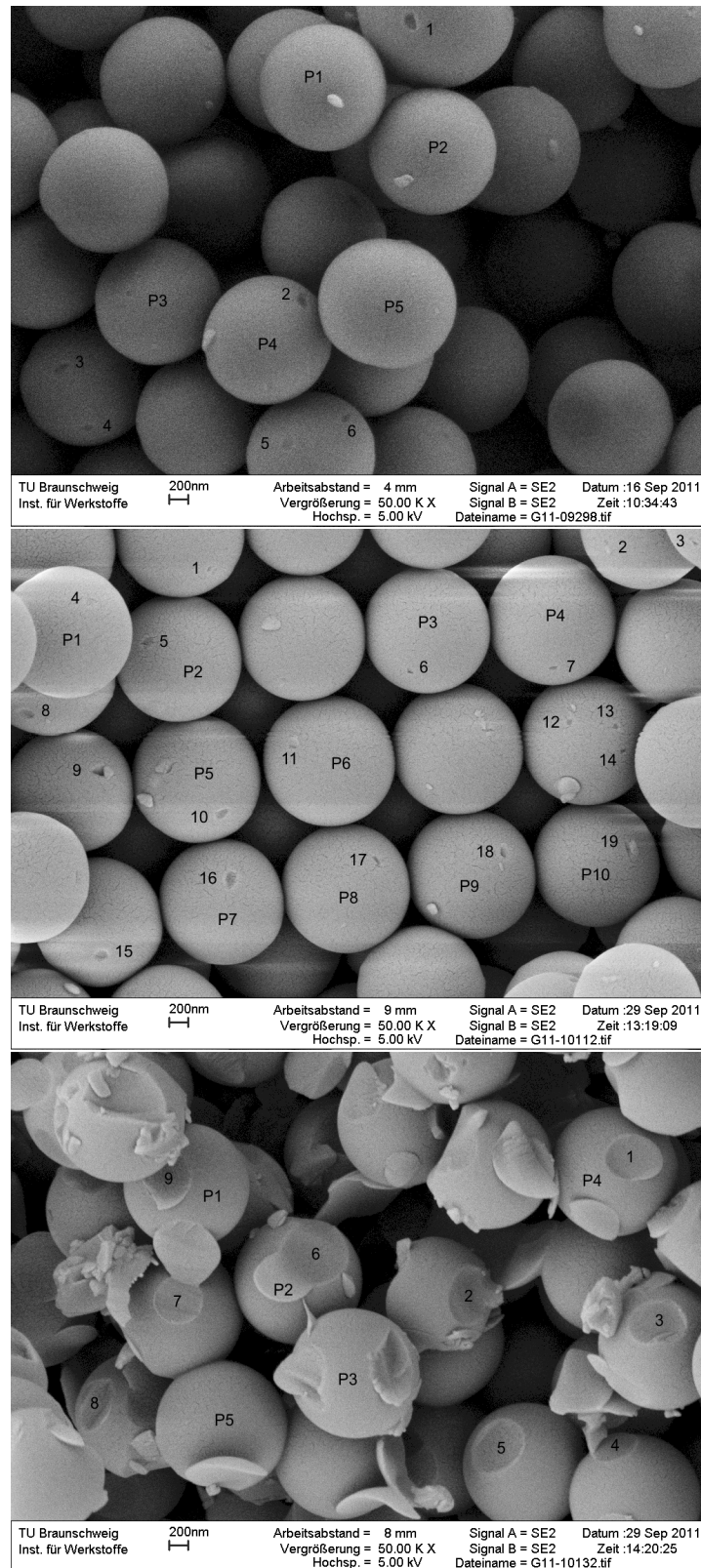


Abbildung 3.6: Beispiele für REM-Aufnahmen von gepressten Staubproben, die bei $T_1 \approx 1323$ K (oben), $T_2 \approx 1373$ K (Mitte) und $T_3 \approx 1423$ K (unten) für eine Dauer von 10h gesintert wurden. Bezeichnungen mit Zahlen zeigen vermessene Bruchstellen von Sinterhälsen an und mit P# gemessene Partikeldurchmesser.

gigkeit der Sintertemperatur ist in Abbildung 3.7 dargestellt. Die Häufigkeit der Messergebnisse für den Durchmesser der Kontaktstelle kumuliert und normiert aufgetragen zeigt, dass von der Sintertemperatur T_1 zu T_2 der Halsdurchmesser sich nur geringfügig, jedoch von T_2 zu T_3 erheblich vergrößert hat. Durch jeweilige Gera-

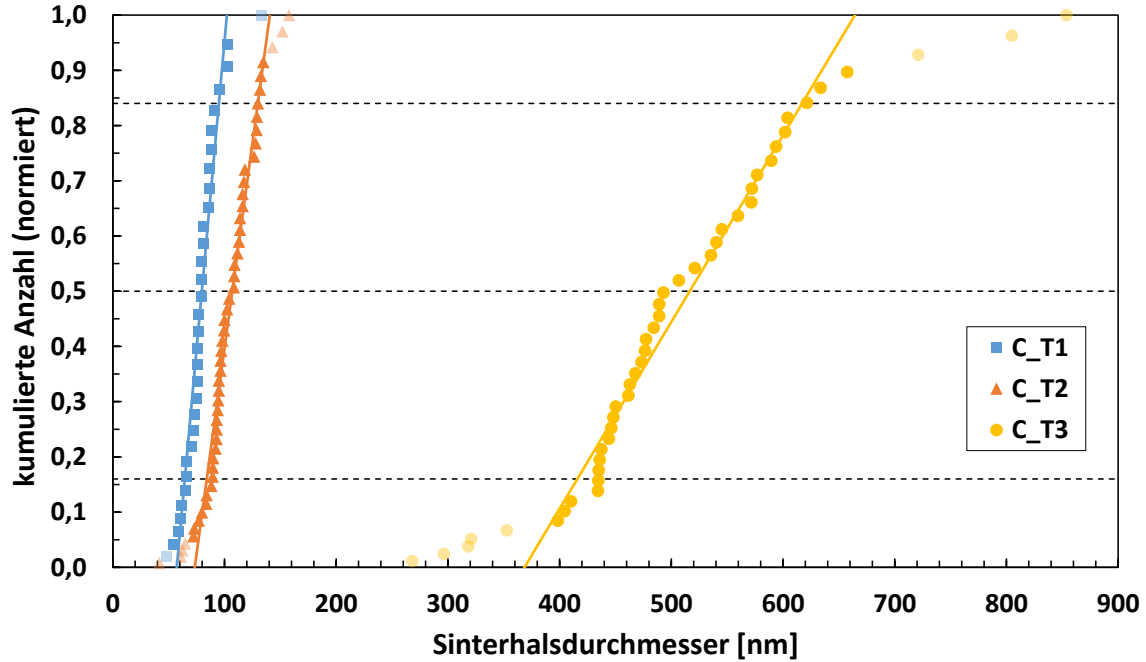


Abbildung 3.7: Kumulierte normierte Anzahl der vermessenen Sinterhalsdurchmesser von gepressten Proben, die bei den Temperaturen $T_1 \approx 1323$ K (blaue Quadrate), $T_2 \approx 1373$ K (orange Dreiecke) und $T_3 \approx 1423$ K (gelbe Kreise) gesintert wurden. Der Mittelwert und die Standardabweichung (gestrichelte Linien) für die drei Sintertemperaturen wurden anhand einer Geradenanpassung an die zugehörigen Datensymbole Quadrate, Dreiecke und Kreise, welche nicht transparent abgebildet sind, bestimmt.

denanpassung an die in Abbildung 3.7 als nicht transparent abgebildeten Symbole lässt sich der mittlere Wert für den Sinterhalsdurchmesser bzw. Durchmesser des Partikelkontakts d_K in Abhängigkeit der Sintertemperatur mit zugehöriger Standardabweichung als Messunsicherheit bestimmen. Zusätzlich zu den Sinterhälsen wurden ebenfalls anhand der REM-Bilder die Partikeldurchmesser d_P für jede Sintertemperatur über Messen des Umfangs ermittelt. In Tabelle 3.4 sind die Messwerte zusammengefasst und mit den entsprechenden Werten für den ungesinterten Staub bei Raumtemperatur T_0 ergänzt. Die Größe der Kontaktstelle für die ungesinterten gepressten Staubproben wurde mittels der JKR-Theorie (benannt nach den Autoren Johnson, Kendall und Roberts von Johnson et al. (1971)) über die Ausbildung einer Kontaktfläche aufgrund von elastischer Verformung und Anziehungskräften zwischen festen sich berührenden Kugeln bestimmt. Demnach lässt sich der Kontaktradius nach

$$r_{K,JKR} = \left(\frac{9}{4} \frac{1 - \mu^2}{E} \pi \gamma R^2 \right)^{1/3} \quad (3.5)$$

berechnen, wobei für die Parameter der Gleichung die Poisson-Zahl $\mu = 0,22$ und das

Elastizitätsmodul $E = 55,1 \text{ GPa}$ aus Chan und Tien (1973), die Oberflächenenergie $\gamma = 0,02 \text{ J m}^{-2}$ aus Heim et al. (1999) und der Partikelradius R nach Herstellerangaben verwendet wurden.

Tabelle 3.4: Ergebnisse für die anhand der REM-Bilder vermessenen Sinterhalsdurchmesser bzw. Kontaktdurchmesser d_K und Partikeldurchmesser d_P der bei den Temperaturen T_1 bis T_3 gesinterten sowie der bei Raumtemperatur T_0 ungesinterten gepressten Staubproben.

	T [°C]	T [K]	d_K [nm]	d_P [nm]	$d_K/d_P = r_K/R$
T_0	20	293	22,2 ^a	1500 ^b	0,015
T_1	1050	1323	80 ± 15	1345 ± 23	$0,059 \pm 0,011$
T_2	1100	1373	107 ± 23	1364 ± 21	$0,078 \pm 0,017$
T_3	1150	1423	516 ± 101	1362 ± 26	$0,379 \pm 0,074$

^a berechnet nach Gl. 3.5

^b laut Herstellerangaben

In Abbildung 3.8 sind die Messwerte für das Verhältnis aus Kontaktradius zu Partikelradius ($r_K/R = d_K/d_P$) aus Tabelle 3.4 gegen die Sintertemperatur dargestellt zusammen mit dem berechneten Wert für den Kontaktradius bei Zimmertemperatur $T_0 \approx 293 \text{ K}$ nach Gleichung 3.5 und dem Partikeldurchmesser gemäß Herstellerangaben. Die gestrichelte Linie zeigt die Funktion für den Sinterhalsradius aufgrund von Sintern durch Oberflächendiffusion aus Poppe (2003) nach

$$r_K = \left(\frac{25R^2 d_M \gamma_S \Omega t D_O}{k_B T} \right)^{1/6}, \quad (3.6)$$

mit dem Partikelradius $R = 0,75 \cdot 10^{-6} \text{ m}$, dem Moleküldurchmesser $d_M = 4,56 \cdot 10^{-10} \text{ m}$, der Oberflächenenergie für Sintern $\gamma_S = 0,3 \text{ J m}^{-2}$ (welche nicht mit der Oberflächenenergie γ zur Berechnung des Kontaktradius in Gl. 3.5 verwechselt werden sollte), dem Molekülvolumen $\Omega = 4,98 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$, der Sinterdauer $t = 10 \text{ h}$ und der temperaturabhängigen Diffusionskonstanten für Sintern durch Oberflächendiffusion

$$D_O = f_1 \exp\left(-\frac{f_2}{T}\right) \quad (3.7)$$

mit den Konstanten $f_1 = 5,53 \cdot 10^{11} \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und $f_2 = 77420 \text{ K}$. In Poppe (2003) wurde das Sinterverhalten des exakt gleichen Materials untersucht und auf Basis durchgeführter Messungen die Konstanten für Gleichung 3.7 zur Anpassung an Gleichung 3.6 bestimmt. Die funktionellen Werte der gestrichelten Linie wurden mit dem Ordinaten-Offset von $(r_{K,JKR}/R)$ versehen, um der Annahme gerecht zu werden, dass selbst in ungesintertem Zustand laut JKR-Theorie zwischen kontaktierenden Kugeln kein infinitesimal kleiner Punktkontakt vorliegt, sondern eine kreisförmige Kontaktfläche mit dem Radius gemäß Gleichung 3.5. Basierend auf den Beschreibungen von

German (1996) zur Klassifizierung der unterschiedlichen Sintervorgänge (siehe dazu Tabelle 2.1) liegt die Vermutung nahe, dass der Sinterprozess „viskoses Fließen“, welcher bei glasartigen Materialien bevorzugt vorkommt, bei dem hier verwendeten Material dominieren könnte. Die zugehörige Gleichung zur Bestimmung des Verhältnisses von Sinterhalsdurchmesser zu Partikeldurchmesser lautet

$$\frac{d_K}{d_P} = \left(\frac{3\gamma_s}{\eta d_P} t \right)^{1/2}. \quad (3.8)$$

Für die temperaturabhängige Viskosität η wurde die Gleichung

$$\eta = f_\eta \exp\left(\frac{Q}{R_G T}\right) \quad (3.9)$$

aus Ojovan (2009) und dort angegebenen Werten für die Aktivierungsenergie von SiO_2 von $Q = 759 \text{ kJ mol}^{-1}$ sowie die molare Gaskonstante $R_G = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ verwendet, um sie mit der Konstanten f_η als freien Parameter an die Messwerte anzupassen. Die Funktionsanpassung an die Messwerte inklusive dem Ordinaten-Offset von $(r_{K,JKR}/R)$ ergibt den Wert $f_\eta = (2,41 \pm 0,45) \cdot 10^{-14} \text{ Pa s}$ und ist als durchgezogene Linienkurve in Abbildung 3.8 gezeigt. Bei dem Vergleich beider Kurven in Bezug zur Lage der Messwerte kann man folgern, dass der Sinterprozess des viskosen Fließens die Messwerte besser beschreibt als durch Oberflächendiffusion. Jedoch ist eine genaue Bestimmung des vorliegenden bzw. den Sintervorgang dominierenden Prozesses nicht Ziel dieser Arbeit, so dass die gemeinsame Darstellung eher einer Bestätigung durch vormals durchgeführte Messungen von Poppe (2003) und die Möglichkeit der Anpassung einer Modellgleichung eines typischen Sintervorgangs dient. Ein weiterer Aspekt, der darauf hinweist, dass der Sintervorgang bei den in dieser Arbeit betrachteten Proben durch Massentransport aus dem Volumen (wie es beim viskosen Fließen der Fall ist) dominiert wird, ist das beobachtete Schrumpfen der Proben mit zunehmender Sintertemperatur (siehe Wolling (2012)).

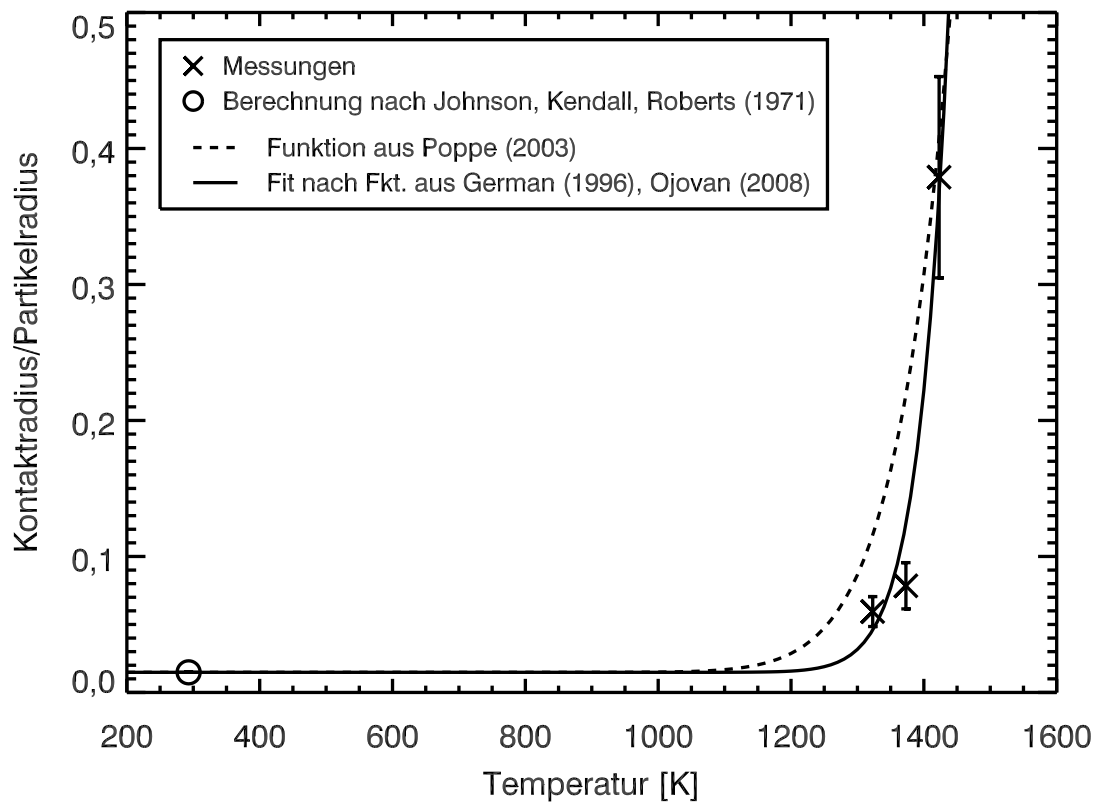


Abbildung 3.8: Verhältnis von Kontaktradius zu Partikelradius in Abhängigkeit der Sintertemperatur (Heizdauer ~ 10 h). Die verwendeten Funktionen sind im Text näher erläutert.

4 Modellierungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen

Die numerische Modellierung der in Kapitel 3.1 beschriebenen Hauptmessungen der Oberflächentemperatur von Planetesimal-Analog-Proben bei dem Prozess des Aufheizens und Abkühlens ist der zweite wesentliche Bestandteil zur endgültigen Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der Staubproben. Die Simulation der Messungen beinhaltet die möglichst realitätsgetreue Wiedergabe des Wärmetransports in den Proben mit der Wärmeleitfähigkeit als variablem Eingabeparameter des Modells, dessen Wert in Iterationsschritten so lange variiert wird, bis das modellierte zeitliche und räumliche Temperaturprofil der Probenoberfläche mit dem der experimentellen Messungen übereinstimmt. Der Wert der Wärmeleitfähigkeit, welcher zur bestmöglichen Übereinstimmung der Ergebnisse aus Messung und Modellierung führt, ist letztendlich die gesuchte Wärmeleitfähigkeit der untersuchten Probe.

Die in dieser Arbeit durchgeführten numerischen Simulationen basieren auf theoretischen Annahmen, die nicht den Anspruch erheben, das komplexe Verhalten von Wärmetransport in porösen Medien vollständig beschreiben zu wollen. Ziel bei der Entwicklung der Simulationsmodelle war, die physikalischen Einzelprozesse, welche in ihrer Gesamtheit die real stattgefundenen und gemessenen Wärmetransportprozesse widerspiegeln sollen, möglichst überschaubar und in klassisch gebräuchlicher Form zu wählen. Dafür war es trotz zusätzlich durchgeführter Messungen für die Bestimmung gewisser Modellparameter (siehe Kapitel 3.2) nötig, neben der Wärmeleitfähigkeit auch diese als freie Parameter anzupassen, um die experimentellen Messungen optimal reproduzieren zu können.

Die Aufgabe, über Simulationen den Wert der Wärmeleitfähigkeit der Staubproben über Abgleich der experimentellen Messergebnisse bestimmen zu wollen, gliedert sich in folgende Schritte bzw. Zwischenaufgaben. Zunächst muss ein theoretisches Modell aufgestellt werden, welches die physikalischen Vorgänge der Messungen möglichst gut beschreibt. Als Grundlage hierfür dient die Wärmeleitungsgleichung, mit der als partielle Differentialgleichung das Temperaturfeld der Probe in Abhängigkeit von Ort und Zeit bestimmt werden kann. Der Wärmeaustausch der Probe mit der Umgebung lässt sich als Randbedingungen in dem Modell, welches sich nur auf

die Geometrie der zylinderförmigen Probe beschränkt, berücksichtigen. Dann gilt es, eine Methode zur Lösung der Wärmetransportgleichung zu wählen, um für eine beliebig gewählte Konstellation von Ort und Zeit die Temperatur der Probe berechnen zu können. Falls keine analytische Lösung für die Problemstellung existiert oder gefunden werden kann, lässt sich die zeit- und ortsabhängige Lösung durch Anwendung numerischer Verfahren annähern. Als Optimierungsproblem formuliert, gilt es die freien Parameter in der Simulation schrittweise so anzupassen, dass die Abweichung von Messergebnissen und denen des Modells minimal wird. Die auf diese Weise gefundene Wärmeleitfähigkeit, als einer der freien Parameter, ist letztendlich die gesuchte Wärmeleitfähigkeit der experimentell vermessenen Staubprobe.

Als Basis zur Beschreibung des Wärmetransports in den porösen Staubproben dient die zeitabhängige Wärmetransportgleichung

$$\rho c_p \frac{\partial T(t, \mathbf{r})}{\partial t} = \nabla \cdot (k_{\text{eff}} \nabla T(t, \mathbf{r})) + Q(t, \mathbf{r}), \quad (4.1)$$

mit der Dichte ρ , der spezifischen Wärmekapazität c_p , der Temperatur $T(t, \mathbf{r})$, der Wärmeleitfähigkeit k_{eff} der Staubprobe sowie dem Term $Q(t, \mathbf{r})$ als Wärmequelle, der die Heizung durch den Laser beschreibt. Die Temperatur T sowie der Laserheizterm Q werden als abhängig von Zeit t und Ort \mathbf{r} (dreidimensionaler Ortsvektor) angenommen, die Materialparameter ρ und c_p als konstant. Bei der Wärmeleitfähigkeit k_{eff} handelt es sich um eine effektive Größe, welche sich aus der Summe der zwei vorliegenden Wärmetransportprozesse der Wärmeleitung k_L über die Kontaktstellen der Staubmonomere und der Wärmestrahlung k_S in den Zwischenräumen der porösen Staubproben nach $k_{\text{eff}} = k_L + k_S$ zusammensetzt. Die Dichte der porösen Staubprobe ist gegeben durch die Reindichte des Materials ρ_0 und dem Volumenfüllfaktor ϕ der Probe, und lässt sich nach $\rho = \rho_0 \phi$ berechnen. Es wird angenommen, dass die spezifische Wärmekapazität und Dichte in der gesamten Probe isotrop und konstant sind. Für die Modellierung werden Literaturwerte für die spezifische Wärmekapazität von $c_p = 840 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (Tipler 1999) und für Dichte des festen Probenmaterials von $\rho_0 = 2000 \text{ kg m}^{-3}$ (Blum und Schräpler 2004) verwendet. Die Werte für den Volumenfüllfaktor ϕ der einzelnen Proben wurden, wie in Abschnitt 3.1.2 beschrieben, jeweils experimentell bestimmt.

Die Messung wie auch die Modellierung lässt sich generell in zwei Phasen unterteilen: In die Heizphase, in welcher der Laser die Probenoberfläche durch Strahlung punktuell erwärmt, und in die Abkühlphase, in welcher der Laser abgeschaltet und demnach der Wärmequellterm $Q(t, \mathbf{r})$ gleich Null ist. Als Anfangsbedingung wird für das gesamte modellierte Probenvolumen eine konstante Temperatur verwendet, welche der Minimaltemperatur der experimentellen Oberflächentemperatur der Probe vor Beginn des Heizens entspricht. Da die Staubprobe senkrecht von oben von dem Laser geheizt wird und davon auszugehen ist, dass sich die Wärme gleichmäßig in der Probe ausbreitet, handelt es sich um ein rotationssymmetrisches Wärmetransportproblem mit der Symmetrieachse senkrecht zur Probenoberfläche durch den Mittelpunkt der beheizten Stelle verlaufend. Die Modellierung des Wärmetransports lässt sich somit auf eine Berechnung in zwei Dimensionen reduzieren, wobei

die Wärmeleitungsgleichung in Zylinderkoordinaten berechnet wird nach

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(k_{eff} r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(k_{eff} \frac{\partial T}{\partial \theta} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k_{eff} \frac{\partial T}{\partial z} \right) + Q(t, r, z). \quad (4.2)$$

Hierbei ist von einem kartesischen Koordinatensystem ausgehend z die Höhe eines Punktes in Bezug auf die horizontale x-y-Achsenenebene, r der horizontale Abstand des Punktes von der vertikalen z-Achse und θ der auf die x-y-Achsenenebene projizierte Winkel des Punktes, gemessen von der x-Achse aus. Aufgrund der Axialsymmetrie gilt $\partial T / \partial \theta = 0$, womit sich die Wärmetransportgleichung vereinfacht zu

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(k_{eff} r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k_{eff} \frac{\partial T}{\partial z} \right) + Q(t, r, z). \quad (4.3)$$

Da zu dem vorliegenden Wärmetransportproblem keine analytische Lösung gefunden werden konnte, wurde die Gleichung 4.3 mit numerischen Verfahren gelöst. In den folgenden Abschnitten wird beschrieben, wie in zwei Varianten die numerische Modellierung mit der Finiten-Elemente-Methode (FEM) umgesetzt wurde. In Kapitel 4.1 wird das I. Modellierungsverfahren vorgestellt, dessen Implementierung und Berechnung von Yuri V. Skorov durchgeführt wurde. Die resultierenden Ergebnisse aus Messung und Modellierung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der ungesinterten Staubproben aus Tabelle 3.2 konnte bereits in Krause et al. (2011) publiziert werden. In Kapitel 4.3 werden die Gründe für und Entwicklungswege hin zu einem neuen Modellierungsverfahren II beschrieben, welches in den anschließenden Kapiteln erläutert wird und dessen Ergebnisse präsentiert werden.

4.1 Modellierungsverfahren I

Die in diesem Kapitel beschriebene numerische Modellierung zur Lösung der Wärmetransportgleichung 4.3 für die in dieser Arbeit vermessenen porösen Staubproben wurde von Yuri V. Skorov implementiert und mithilfe der Finiten-Elemente-Methode (FEM) gerechnet. In dem vorliegenden Modell wird eine Beschreibung der effektiven Wärmeleitfähigkeit gewählt, welche definiert ist als Summe aus Wärmeleitung und Wärmestrahlung nach

$$\begin{aligned} k_{eff}(T) &= k_L + k_S \\ &= h k + 4 \varepsilon \sigma d_p T^3. \end{aligned} \quad (4.4)$$

Der Wärmetransportanteil durch Wärmeleitung k_L wurde gemäß der Definition von Gleichung 2.3 gewählt und der Anteil durch Wärmestrahlung k_S nach Gleichung 2.5, mit den Werten $k = 1,4 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ für die Wärmeleitfähigkeit von SiO_2 (z. B. Kittel 1999, Chung 2006) und dem Emissionsgrad $\varepsilon = 1$. Es wird vereinfachend angenommen, dass der Wärmetransferanteil durch Leitung k_L und somit der Hertz-Faktor h nicht von der Temperatur abhängt.

Aufgrund der Ergebnisse der Transmissionsmessungen für die IR-Laser-Strahlung an den unterschiedlichen Staubprobentypen (siehe Kapitel 3.2.3), die gezeigt haben, dass die IR-Strahlung des Lasers abhängig von der Porosität bzw. Packungsstruktur der Probe mehrere Millimeter tief in die Probe eindringen kann, wird die Erwärmung der Staubprobe durch den IR-Laser im Modell als Energieeintrag des gesamten Probenkörpers berücksichtigt. Für ein kompakteres Medium wäre die Implementierung als Randbedingung angemessen, wenn davon ausgegangen werden kann, dass die Strahlung gleich in der obersten Staublagerschicht absorbiert wird. Der Heizterm Q für das Modell wird so umgesetzt, dass das vermessene Laserprofil (siehe Kapitel 3.2.2) verwendet wird und in der Tiefe entlang der z -Koordinate nach dem Lambert-Beer'schen (bzw. Bouguer-Lambert-Beer'schen) Gesetz exponentiell abgeschwächt wird

$$Q = (1 - a) E_{\text{Laser}}(r) \exp\left(-\frac{z}{s_{\text{Laser}}}\right). \quad (4.5)$$

Hierbei beschreibt $E_{\text{Laser}}(r)$ die pro Volumenelement eingetragene Leistung durch den Laser mit der intensitätsabhängigen Profilform (siehe Kapitel 3.2.2), die entlang der Zylinderkoordinate r definiert ist. Der Vorfaktor $(1 - a)$, mit a als der Albedo bezüglich der Wellenlänge des Lasers, steht für den Anteil der Laserstrahlung, der von der Probenoberfläche nicht reflektiert wird, sondern in das Medium eindringt. Die Exponentialfunktion beschreibt die Dämpfung der Laserstrahlung beim Durchgang durch das Probenmedium, wobei s_{Laser} die Tiefe bzw. Durchgangslänge angibt, bei der die Eingangstrahlung auf das $1/e$ -fache abgesunken ist. Der Heizterm nach Gleichung 4.5 wird im Modell nur für die Phase der Erwärmung der Probe angewendet, für die Abkühlphase gilt $Q = 0$.

Die Randbedingung des FEM-Modells für die Probenoberfläche wird definiert durch die Bilanz aus zugeführter und abgeführter Energie. Die Probe erhält Energie durch die Lasereinstrahlung, welche zum Teil als Wärme wieder abgestrahlt wird und zum Teil ins Probeninnere transportiert wird. Da der Energieeintrag des Lasers schon als Wärmequelle in der Wärmetransportgleichung für die Probe berücksichtigt wird, entfällt dieser bei der Bilanz der Randbedingung an der Probenoberfläche, welche sich entsprechend folgendermaßen ergibt

$$\begin{aligned} -\mathbf{n} \cdot \mathbf{q} &= \\ \mathbf{n} \cdot k_{\text{eff}}(T) \nabla T &= \varepsilon \sigma (T_{\text{Umgebung}}^4 - T^4). \end{aligned} \quad (4.6)$$

Die linke Seite der Gleichung beschreibt die Wärmestromdichte, nach dem Fourier'schen Gesetz definiert als $\mathbf{q} = -k_{\text{eff}}(T) \nabla T$, entlang des Normalenvektors \mathbf{n} senkrecht zur Probenoberfläche und die rechte Seite der Gleichung die von der Probenoberfläche an die Umgebung abgestrahlte Wärme.

Die Randbedingungen für die Seiten und den Boden der zylinderförmigen Probe werden als thermisch isoliert im Modell implementiert, d.h.

$$-\mathbf{n} \cdot \mathbf{q} = \mathbf{n} \cdot k_{\text{eff}}(T) \nabla T = 0. \quad (4.7)$$

Diese Vereinfachung ist möglich, da die Ergebnisse der numerischen Modellierung als auch die Transmissionsmessungen aus Kapitel 3.2.3 zeigen konnten, dass die erzeugte Wärme durch die Heizung mit dem Laser in der Probe auch bei längerer Heizdauer

nicht in die Nähe des seitlichen Probenrandes oder bis zu der Bodenfläche geleitet wird.

Als Temperatur-Initialwert für die Modellierung wird für die gesamte Probe eine konstante Temperatur gewählt, welche aus den jeweiligen Messungen als Minimaltemperatur an der Probenoberfläche vor dem Heizen bestimmt wurde. Umgesetzt wurde die Modellierung mithilfe der Finiten-Elemente-Methode in COMSOL *Multiphysics*® (Version 3.5), wobei ein adaptives FEM-Gitter gewählt wurde, welches im Bereich der Probenoberfläche enger positionierte Knotenpunkte mit einem Minimalabstand von $10\mu\text{m}$ aufweist.

Trotz Messung der Albedo $a(\lambda_{\text{Laser}})$ (siehe Kapitel 3.2.4) und der Abschätzung für die Eindringtiefe des Lasers s_{Laser} (siehe Kapitel 3.2.3) ergaben erste Modellierungsversuche, dass diese Parameter zusätzlich zu dem Hertz-Faktor h (für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit) als freie Parameter in den Simulationen anzupassen sind, um eine gute Übereinstimmung von gemessenem und modelliertem Temperaturverlauf erzielen zu können. Demnach sind insgesamt die freien und anzupassenden Parameter im Modell der Hertz-Faktor h für den Anteil der Wärmeleitung, die Albedo a und die Eindringtiefe des Lasers s_{Laser} , für welche zusammen eine Konstellation gefunden werden muss, um die Temperaturdaten der Messung reproduzieren zu können. Die Suche nach dem optimalen Set an freien Parametern wurde der Charakteristik der Heiz- und Abkühlphase der Messung entsprechend in zwei Phasen unterteilt, da in der Heizphase alle drei Parameter in die Modellierung eingehen und in der Abkühlphase nur noch die Wärmeleitfähigkeit ein freier Parameter ist. Als Startwerte für die sukzessive Parameteranpassung in der Heizphase wurden für die Albedo a und die Eindringtiefe des Lasers s_{Laser} die experimentell bestimmten Werte aus Kapitel 3.2.4 bzw. 3.2.3 verwendet. Um die Übereinstimmung der Probenoberflächentemperatur aus Messung und Modell im Prozess der Parameteroptimierung zu überprüfen, wurden die zeitliche Entwicklung der Temperatur für bestimmte Abstände vom Zentrum der Laserheizstelle miteinander verglichen.

4.2 Ergebnisse von Modellierungsverfahren I

In den Abbildungen 4.1 bis 4.3 sind die Ergebnisse des Modellierungsverfahrens I in Form der zeitlichen Temperaturentwicklung der Probenoberfläche während des Aufheiz- und Abkühlvorganges exemplarisch für den Abstand $d = 1\text{ mm}$ vom Heizzentrum durch den Laser im Vergleich zu denen der experimentellen Messungen dargestellt. Die Analyse mithilfe des Modellierungsverfahrens I beschränkte sich zu dem Zeitpunkt der Durchführung noch auf die ungesinterten Proben aus Tabelle 3.2. Die zugehörigen Werte für die freien Parameter des Modells, der Wärmeleitfähigkeit k_L (aus dem freien Parameter Hertz-Faktor h nach $k_L = h k$), der Albedo a und der Lasereindringtiefe s_{Laser} , die zu der besten Übereinstimmung der Temperaturkurven aus den Messungen und den Modellierungen führten, sind in Tabelle 4.1 aufgelistet.

In den Abbildung 4.1, 4.2 sowie 4.3 sind für die gepressten, gesiebten und mit der RBD-Methode hergestellten Proben jeweils die resultierenden Temperaturkurven aus den Modellierungen als gestrichelte Linie und denen der Messungen als durchgezogene Linie zusammen mit einem grauen Bereich gezeigt, der die Messunsicherheit

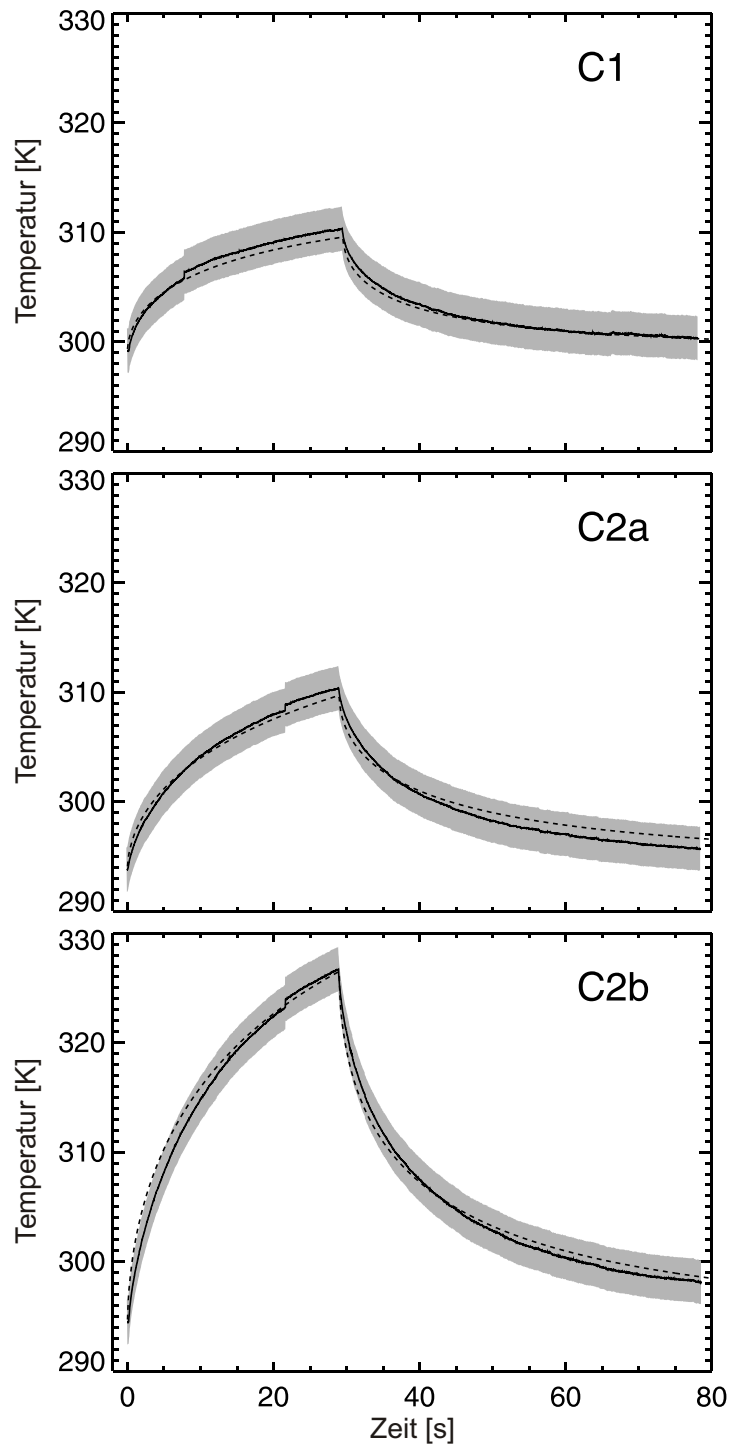


Abbildung 4.1: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklung für die gepressten Proben C1, C2a und C2b als Messergebnisse (durchgezogene Linie) und Modellierungsergebnisse (gestrichelte Linie) bei einem Abstand von $d = 1$ mm zum Heizzentrum. Der graue Bereich um die experimentell bestimmte Temperaturkurve kennzeichnet die Messunsicherheit der Wärmebildkamera. (Nach Krause et al. (2011))

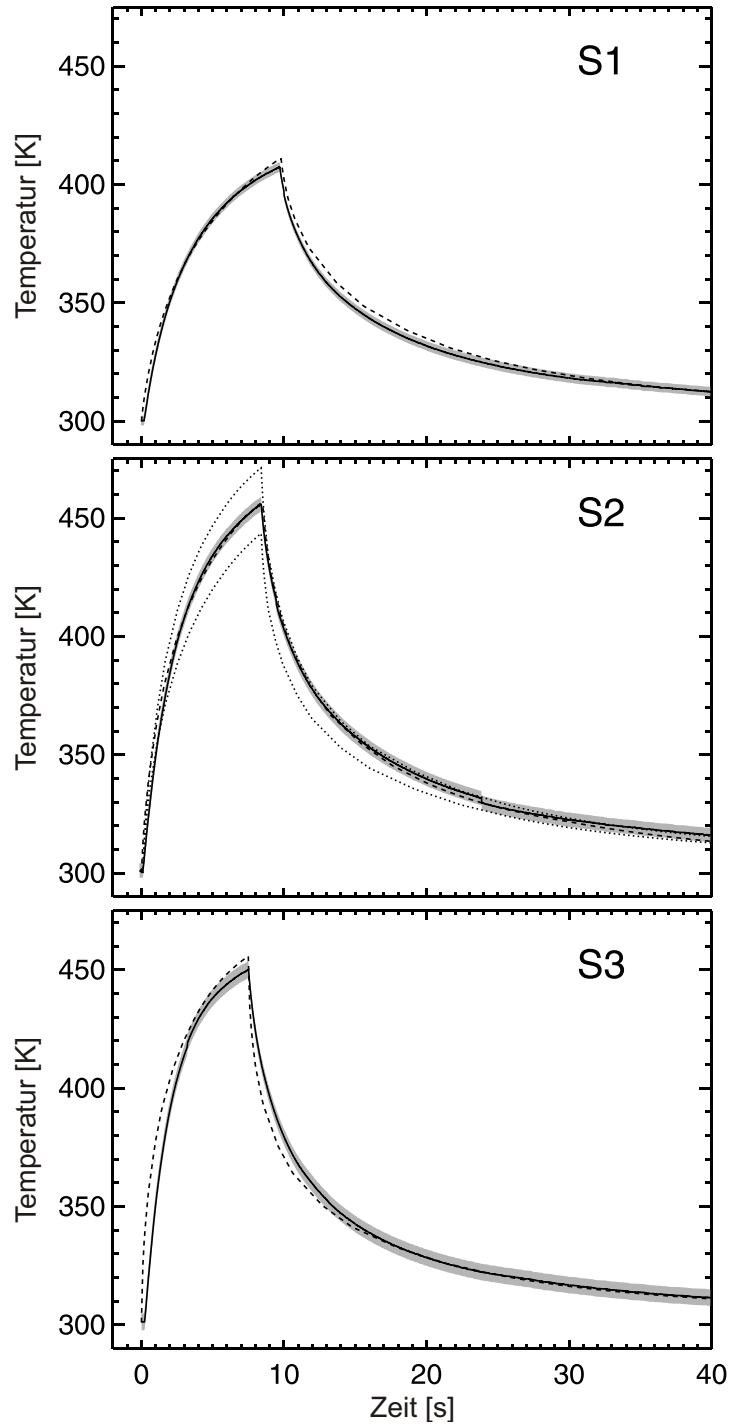


Abbildung 4.2: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklung für die gesiebten Proben S1, S2 und S3 als Messergebnisse (durchgezogene Linie) und Modellierungsergebnisse (gestrichelte Linie) bei einem Abstand von $d = 1 \text{ mm}$ zum Heizzentrum. Der graue Bereich um die experimentell bestimmte Temperaturkurve kennzeichnet die Messunsicherheit der Wärmebildkamera. Als gepunktete Linien sind zusätzlich die modellierten Temperaturwerte für eine jeweilige Variation der als optimal gefundenen Wärmeleitfähigkeit um $\pm 43 \%$ gezeigt. (Nach Krause et al. (2011))

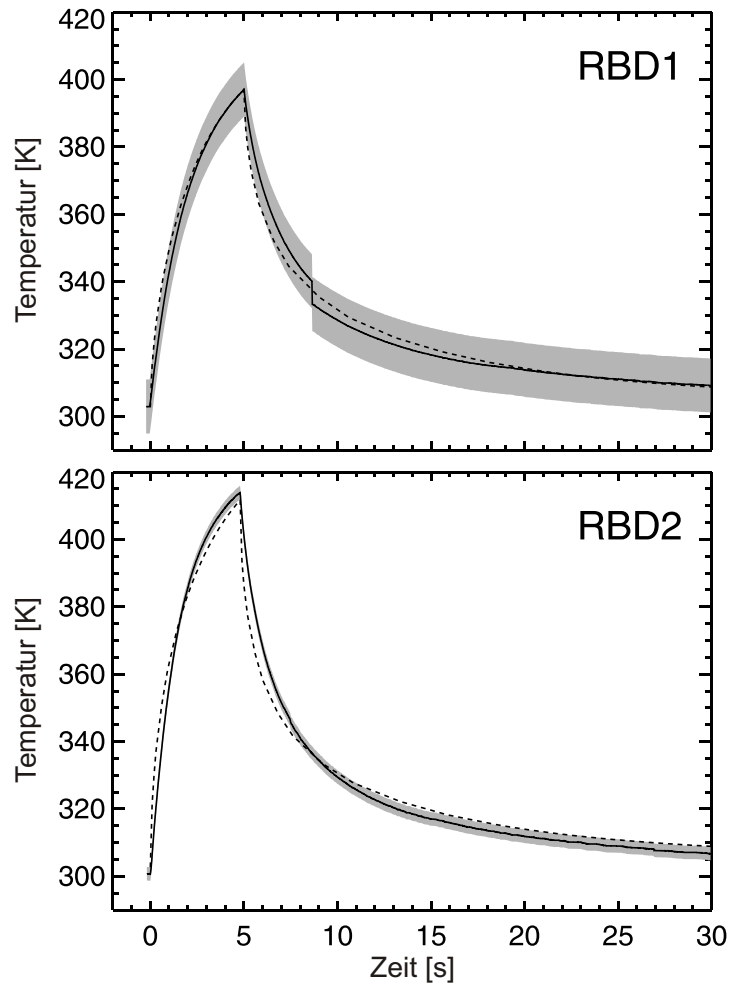


Abbildung 4.3: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklung für die RBD-Proben RBD1 und RBD2 als Messergebnisse (durchgezogene Linie) und Modellierungsergebnisse (gestrichelte Linie) bei einem Abstand von $d = 1 \text{ mm}$ zum Heizzentrum. Der graue Bereich um die experimentell bestimmte Temperaturkurve kennzeichnet die Messunsicherheit der Wärmebildkamera. (Nach Krause et al. (2011))

für die Temperatur angibt. Die Messunsicherheit der Wärmebildkamera hat einen Wert von $\pm 2 \text{ K}$, der jedoch bei auftretenden Temperatursprüngen wegen interner Temperaturkalibrierung der Kamera um den Wert des Temperatursprungs erhöht angegeben wird. Dass der modellierte Temperaturverlauf für die Heiz- und Abkühlphase nahezu bei jeder Probe innerhalb des Unsicherheitsbereichs der Messungen liegt, zeigt die gute Qualität der mit dem Modell reproduzierten experimentellen Messungen. In der Abbildung 4.2 für die gesiebten Proben sind bei Probe S2 ergänzend als zwei gepunktete Kurven die Simulationsergebnisse für eine Abweichung des als optimal passend gefundenen Wärmeleitfähigkeitswerts von $k_L = 0,0036 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ um $\pm 43 \%$ dargestellt. Die obere gepunktete Temperaturkurve entspricht dabei der modellierten Wärmeleitfähigkeit mit dem geringeren Wert von $0,0021 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und die untere dem höheren Wert von $0,0052 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Die maximale Abweichung dieser Kurven von ungefähr $\pm 10 \text{ K}$ zu der als bestpassend gefundenen zeigt, wie sensibel

Tabelle 4.1: Werte des Modellierungsverfahrens I für die analysierten Proben mit dem Volumenfüllfaktor ϕ und den als bestpassend gefundenen freien Modellparametern der Wärmeleitfähigkeit k_L , der Albedo a und der Lasereindringtiefe s_{Laser} . (Nach Krause et al. (2011))

Probe	ϕ	k_L [$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$]	a	s_{Laser} [mm]
C1	0,54	0,021	0,9960	0,050
C2a	0,50	0,021	0,9935	0,050
C2b	0,50	0,016	0,9945	0,050
S1	0,29	0,0078	0,965	0,050
S2	0,24	0,0036	0,980	0,100
S3	0,16	0,0016	0,972	0,100
RBD1	0,15	0,0026	0,992	0,150
RBD2	0,15	0,0026	0,990	0,100

das Modell für eine Änderung dieses Parameters ist.

Allgemein zeigen die abgebildeten zeitlichen Temperaturverläufe in Abhängigkeit der ermittelten Wärmeleitfähigkeit die charakteristische Eigenschaft, dass je geringer die Wärmeleitfähigkeit ist, desto schneller eine höhere Maximaltemperatur beim Aufheizen der Probe erreicht wird. Die qualitative Tendenz, dass bei geringerer Wärmeleitfähigkeit die Wärme schlechter abtransportiert wird und bei höherer besser, scheint mit dem Volumenfüllfaktor der Probenarten zu korrelieren, was folgend qualitativ genauer analysiert wird.

Betrachtet man die durch die Simulationen an die Messergebnisse angepassten Werte der Wärmeleitfähigkeit (siehe Tabelle 4.1) vergleichend mit dem Wärmetransportanteil durch Wärmestrahlung nach Gleichung 2.5, so ergibt sich für die höchste bei den Messungen vorgekommene Temperatur von $T = 450 \text{ K}$ der Wert $k_S \approx 3 \cdot 10^{-5} \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, welcher im Verhältnis zu den Werten für die Wärmeleitfähigkeit durch reine Leitung über die Kontaktstellen der Monomere vernachlässigbar gering ist. Demnach kann für das vorliegende Modellierungsverfahren I als Näherung angenommen werden, dass die effektive Wärmeleitfähigkeit nur von dem dominierenden Anteil durch Wärmeleitung definiert wird $k_{\text{eff}} \approx k_L$. Diese Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors der Staubproben grafisch dargestellt, wie in Abbildung 4.4 zu sehen ist, erlaubt an die Messwerte zusammen mit dem Wert für das reine Festkörpermateriale von $k = 1,4 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ die Exponentialfunktion

$$k_{\text{eff}} \approx k_L = k a \exp(b \phi) \quad (4.8)$$

anzupassen, mit den Parametern $a = (1,46 \pm 0,27) \cdot 10^{-4}$ und $b = 8,83 \pm 0,18$. (Die Abweichung der Parameter a und b von den entsprechenden Werten, welche in Krause et al. (2011) veröffentlicht wurden, beruht auf einer hier durchgeführten gleichmäßigen Wichtung der Messwerte inklusive des Festkörpermaterialewertes bei der Anpassung. Die in der Publikation angegebenen Werte stammen von einer stärkeren Wichtung des Festkörpermaterialewertes, was jedoch zu relativ hohen Unsicherheitswerten für a und b führt.) Die Gleichung 4.8 ist dafür geeignet, den Zusammenhang

zwischen Wärmeleitfähigkeit und Volumenfüllfaktor in dem Bereich $\phi \approx 0,15$ bis $\phi = 1$ zu beschreiben, jedoch nicht, um eine physikalisch korrekte Funktion für die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von dem Volumenfüllfaktor allgemein darzustellen, da diese bei einem Wert von $\phi = 0$ auch für die Wärmeleitfähigkeit einen Wert von $k_{eff} = 0$ ergeben müsste.

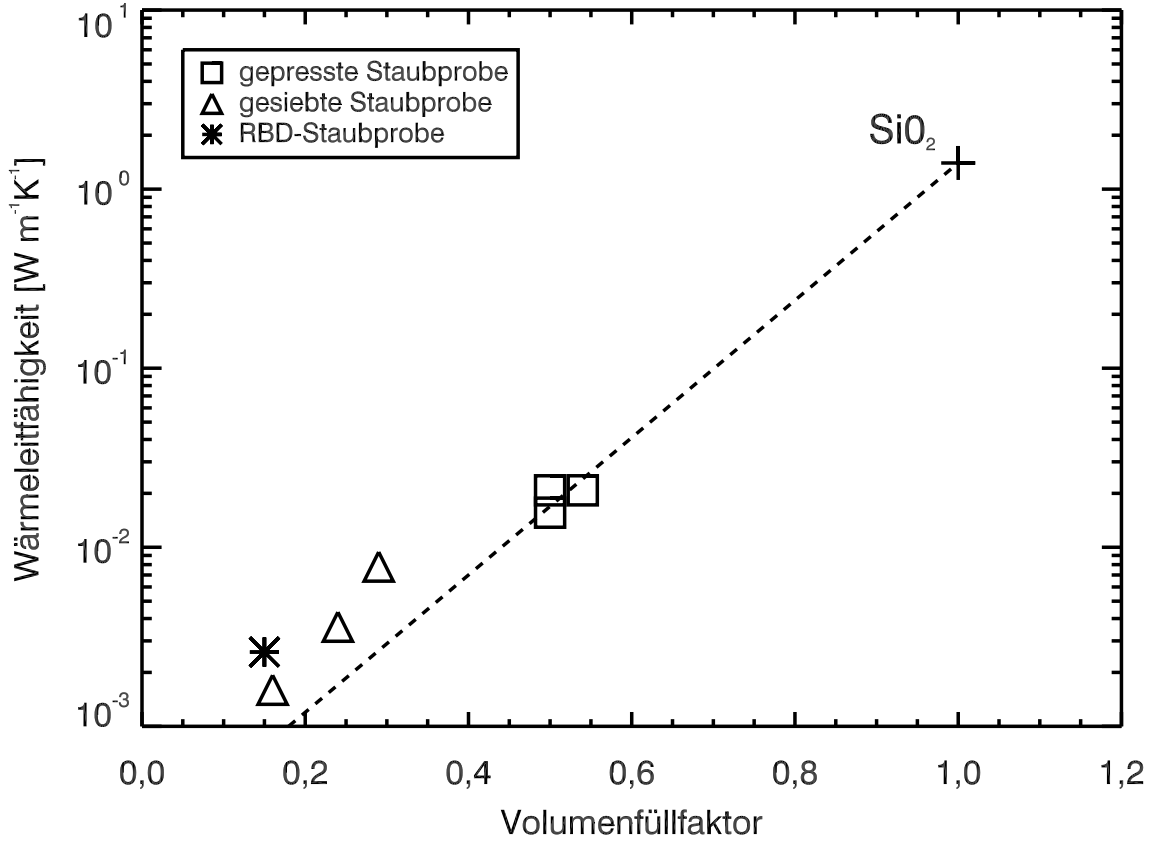


Abbildung 4.4: Effektive Wärmeleitfähigkeit als Ergebnis des Modellierungsverfahrens I in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors. Die angepasste, als gestrichelte Linie dargestellte Gerade entspricht Gleichung 4.8. (Nach Krause et al. (2011))

4.3 Entwicklung eines neuen Modellierungsverfahrens

Für weitere Messungen an gesinterten SiO_2 Staubproben, welche in der Zwischenzeit von Kristin Wolling im Rahmen ihrer Masterarbeit durchgeführt wurden, sollte ebenfalls die effektive Wärmeleitfähigkeit mithilfe des Modellierungsverfahrens I bestimmt werden. Jedoch führte ein technisches Problem auf dem Rechner von Yuri V. Skorov, der bislang die Modellierungen erstellt hatte, zu einem kompletten Verlust an detaillierten Informationen zu dem von ihm implementierten FEM-Modell. Da Yuri V. Skorov zu dem Zeitpunkt nicht mehr für die numerischen Simulationen in diesem Projekt zuständig war, musste eine alternative Möglichkeit geschaffen werden, um die effektive Wärmeleitfähigkeit der neuen Proben anhand von Simulationsrechnungen bestimmen zu können. Eine naheliegende Lösung des Problems erschien darin, das FEM-Modell von Yuri V. Skorov auf Basis seiner Erinnerungen und den publizierten Informationen zu dem Modell aus Krause et al. (2011) zu rekonstruieren. Da bislang keine Kenntnisse im Umgang mit dem Programm COMSOL vorlagen und eine Einarbeitung erhebliche Zeit in Anspruch genommen hätte, jedoch die Abgabe von Kristin Wollings Masterarbeit nicht unnötig verzögert werden sollte, wurde beschlossen, ein einfacheres Verfahren zur numerischen Lösung des Wärmetransportproblems zu wählen und die Simulationen nur auf die Abkühlphase der Staubproben zu reduzieren. Die Beschränkung auf die Modellierung der Abkühlphase hat die Vorteile, dass in ihr nur die effektive Wärmeleitfähigkeit ein freier zu bestimmender Parameter ist, die komplexe Implementierung der Heizung der Probe mit dem Laser entfällt und ebenfalls Rechenzeit gespart wird. Nachteil dabei ist, dass für die Simulation der Abkühlung der Probe Temperaturstartwerte für die gesamte Probe vorliegen müssen, welche ohne die Modellierung des Aufheizprozesses aufgrund bestimmter Annahmen abgeschätzt werden müssen. In ihrer Masterarbeit hat Kristin Wolling zwei Verfahren in MATLAB implementiert Wolling (2012), welche von stark vereinfachten Annahmen des vorliegenden Wärmetransportproblems ausgehen. Beide Verfahren konnten aufgrund der erheblichen Vereinfachungen keine überzeugenden Simulationsergebnisse liefern. Im Anschluss an die Masterarbeit versuchte Kristin Wolling mit dem Verfahren der expliziten Finiten-Differenzen-Methode (FDM) den gemessenen Temperaturverlauf der Proben für die Abkühlphase zu simulieren. Da auch dieses Verfahren die Messergebnisse qualitativ und quantitativ nicht in dem Maße wiedergeben konnte wie die vorherigen Modellergebnisse von Yuri V. Skorov und die Abschätzung der Temperaturwerte im Probeninneren als Startwerte für die Simulationen der Abkühlphase eine große Fehlerquelle bzw. Unsicherheit darstellt bzw. erheblich das Ergebnis für die bestimmte Wärmeleitfähigkeit beeinflusste, musste ein besseres Verfahren entwickelt werden.

Auf Basis des zuletzt von Kristin Wolling erstellten Modells zur Simulation der Abkühlphase mithilfe der expliziten FDM wurde die Modellierung erweitert um die Simulation der Aufheizphase, welche durch die Heizung der Probe mit dem Laser definiert wird. Zudem wurde die Software ergänzt durch eine automatisierte Suche nach der geeigneten Konstellation der freien Parameter, um ein bestmögliche Übereinstimmung von Modell- und Messergebnissen für die Oberflächentemperatur der

Proben zu erzielen. Durch inzwischen erarbeitete Programmierkenntnisse in COMSOL war es möglich, durch vergleichende Benchmark-Berechnungen mit COMSOL (welche auf der FEM-Methode basieren) die Korrektheit des selbstprogrammierten numerischen Modellierungsverfahrens mithilfe der FDM in MATLAB zu bestätigen. Die Vergleichsrechnungen zeigten jedoch auch, dass mit COMSOL in wesentlich kürzerer Rechenzeit eine Simulation bei gleichzeitig höherer zeitlicher und räumlicher Auflösung erzielt werden kann, allerdings ohne die Möglichkeit, eine automatisierte Suche nach den bestpassenden freien Parametern für das Modell zu implementieren.

Eine kürzere Rechenzeit durch Anwendung der FEM für die numerische Lösung der Wärmetransportgleichung mit gekoppelter automatisierter Suche nach den optimalen freien Modellparametern ließ sich mithilfe der *Partial Differential Equation Toolbox*TM und der *Fminsearch*-Funktion von MATLAB (Version 2016b) umsetzen. Bei der in der *Partial Differential Equation Toolbox*TM von MATLAB verwendeten Funktion *Solvepde* zur Lösung der partiellen Differentialgleichung ist es jedoch nicht möglich, die Auflösung des Finite-Elemente-Gitters lokal zu variieren, z. B. feiner im Bereich um das Heizzentrum herum zu wählen. Dies wäre aber notwendig, um sowohl die Genauigkeit der vergleichenden Berechnungen mit COMSOL zu erzielen, als auch zu verhindern, dass bei einer allgemein feineren Gitterauflösung die Berechnungen wegen fehlender Speicherkapazität des Rechners abgebrochen werden.

Die ideale Kombination, das Wärmetransportproblem mit COMSOL zu lösen und die automatisierte Suche nach den optimalen freien Modellparametern mit der *Fminsearch*-Funktion in MATLAB durchzuführen, konnte letztendlich durch eine Schnittstellenprogrammierung in MATLAB via COMSOL LiveLinkTM for MATLAB[®] realisiert werden. Mit dieser Kopplung von COMSOL und MATLAB lassen sich die besten Eigenschaften beider Programme für das vorliegende Problem ausnutzen, und sie bildet das letztendlich verwendete Werkzeug zur technischen Umsetzung des Modellierungsverfahren II, welches in folgendem Kapitel 4.4 genau erläutert wird.

Bei der Entwicklung des neuen Modellierungsverfahrens und dem Versuch, die in Krause et al. (2011) mit dem Modellierungsverfahren I gefundenen Modellergebnisse zu reproduzieren, zeigte sich folgende Schwierigkeit. Unabhängig von den verschiedenen erprobten Methoden zum Lösen der Wärmetransportgleichung konnten mit dem experimentell gemessenen Laserprofil aus Kapitel 3.2.2 nicht die gleichen Ergebnisse erzielt werden. Eine bestmögliche Übereinstimmung der zeitlichen Temperaturentwicklung aus Messung und Modell und ungefähre Reproduktion der freien Modellparameter konnte nur für einen konstanten Abstand vom Heizzentrum gefunden werden, jedoch nicht für mehrere Abstände. Selbst durch automatisierte Suche nach den bestpassenden freien Modellparametern konnte die räumliche Ausbreitung der Heizzone nicht zufriedenstellend an die Ergebnisse der Messungen angepasst werden. Eine Möglichkeit zur Überwindung dieses Problems erschien in der alternativen Verwendung eines an das vermessene Laserprofil angenäherten Gauß-Funktion mit der Standardabweichung als zusätzlichem freien Parameter. Diese Änderung sowie weitere Verbesserungen des alten Modellierungsverfahrens werden im nächsten Kapitel detailliert beschrieben.

4.4 Modellierungsverfahren II

Das neu entwickelte Modellierungsverfahren II zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit auf Basis der gemessenen Oberflächentemperatur von porösen und zum Teil gesinterten Staubproben unterscheidet sich von dem Modellierungsverfahren I in folgenden Aspekten. Die zugrundeliegende Wärmetransportgleichung nebst Randbedingungen ist für beide Verfahren nahezu gleich, bis auf den Anteil der Wärmestrahlung bei dem Wärmetransfer, die im II. Verfahren ausdrücklich zugelassen wird und im I. Verfahren als vernachlässigbar klein angenommen wurde. Zusätzlich wird im II. Verfahren die Laserprofilform als Gauß-Funktion angenähert mit den in der Modellierung freien Parametern, der Breite des Profils und der Eindringtiefe der Laserstrahlung in die Probe, anstatt die feste, vermessene Profilform aus Kapitel 3.2.2 zu verwenden. Die FEM-Modellierung wurde in beiden Verfahren mit COMSOL durchgeführt, allerdings im II. Verfahren die Suche nach der bestpassenden Konstellation von freien Modellparametern mit einer Minimierungsfunktion von MATLAB automatisiert und optimiert. Das dafür nötige Vergleichskriterium zur Beurteilung der Übereinstimmung der Temperaturdaten aus Messung und Modell wurde im Modellierungsverfahren II auf ein gleichmäßiges Raster von zeitlich und räumlich aufgelösten Temperaturdaten ausgeweitet, welches im Modellierungsverfahren I sich nur auf zeitlich hochaufgelöste, aber räumlich sehr wenige Stützpunkte beschränkte.

Die technische Umsetzung des Modellierungsverfahrens II erfolgte durch eine Kombination von COMSOL Multiphysics® (Version 5.2a) und MATLAB® (Version 2016b) über eine Schnittstellenprogrammierung in MATLAB via COMSOL LiveLink™ for MATLAB®. Somit ist die FEM-Modellierung mit COMSOL eingebettet in ein MATLAB-Programm, welches eingangs nötige Modellparameter an das COMSOL-Programm übergeben und nach der Simulation die Ergebnisse in MATLAB weiterverarbeiten kann. Die einzelnen Bausteine des Modellierungsverfahrens II, bestehend aus dem zugrundeliegenden theoretischen Modell, dem FEM-Modell, dem Vergleichskriterium zur Überprüfung der Übereinstimmung der Modell- und Messergebnisse sowie der automatisierten Suche nach den bestpassenden freien Modellparametern, werden in den folgenden Kapiteln detailliert erklärt.

4.4.1 Theoretisches Modell

Wie im Modellierungsverfahren I ist Herzstück der Simulationen im II. Verfahren die Wärmetransportgleichung, welche in Zylinderkoordinaten genutzt wird, um die Rotationssymmetrie des Wärmetransportproblems um das Zentrum der vom Laser geheizten Stelle herum zu beschreiben

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(k_{\text{eff}} r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k_{\text{eff}} \frac{\partial T}{\partial z} \right) + Q(t, r, z). \quad (4.9)$$

Als effektive Wärmeleitfähigkeit wird im Modellierungsverfahren II die gleiche Definition verwendet wie in Gleichung 4.4 des I. Verfahrens mit der formalen Änderung, dass im Modell nicht der Hertz-Faktor h als freier Parameter behandelt wird, sondern die gesamte Wärmeleitfähigkeit k_L , bestehend aus dem Produkt von

Hertz-Faktor und Wärmeleitfähigkeit des Festkörpermaterials k , woraus folgt

$$k_{\text{eff}}(T) = k_L + k_S(T) = k_L + 4\sigma\varepsilon T^3 l. \quad (4.10)$$

Für den Anteil des Wärmetransports über Strahlung $k_S(T) = 4\sigma\varepsilon T^3 l$ wird mit einem Emissionsgrad $\varepsilon = 1$ gerechnet und, anders als im Modellierungsverfahren I, die mittlere freie Weglänge der Photonen l als ein weiterer freier Parameter der Simulationen gewählt. Hiermit soll untersucht werden, ob der Austausch von Wärmestrahlung in den Probenhohlräumen, deren Größe durch die unterschiedliche Packungsstruktur der drei Staubprobenarten variiert, nicht einen größeren Anteil an dem gesamten Wärmetransport hat, als in dem Modellierungsverfahren I zunächst angenommen. Aufgrund der teilweise mehrdeutig in der Literatur zu findenden Interpretation des Parameters l (siehe dazu auch Kapitel 2.2) wird im Folgenden dieser Parameter als „effektive Strahlungslänge“ bezeichnet. Er kann dabei sowohl weitere Parameterabhängigkeiten beinhalten als auch die Möglichkeit, dass die Wärmestrahlung nicht nur durch die Zwischenräumen der Monomere gelangen kann, sondern eventuell zusätzlich transmittierend durch das Festkörpermateriale der Monomere hindurch.

Als externe Wärmequelle Q der Wärmetransportgleichung für die Phase des Heizens wurde statt des experimentell bestimmten Laserprofils (siehe Kapitel 3.2.2) eine Gauß'sche Glockenkurve zur Beschreibung des Laserprofils verwendet. Diese Approximation ermöglicht eine Variation der Profilform mit dem für die Modellierung freigelassenen Parameter seiner Breite σ_{Laser} (entspricht der Standardabweichung der Gauß'schen Verteilungsfunktion). Eine probenabhängige Anpassung der Profilform hat sich, wie am Ende von Kapitel 4.3 schon beschrieben, als notwendig erwiesen, da mit allen anderen freien Parametern des Modells keine gute Übereinstimmung mit den Temperaturdaten der Messungen für die räumliche Ausbreitung der Wärme in der Probe erzielt werden konnte, ohne für sie in physikalisch unsinnige Wertebereiche zu gelangen. Der pro Fläche wirkende Leistungseintrag des Lasers mit der Leistung P_{Laser} wird somit als

$$I_{\text{Laser}}(r) = \frac{P_{\text{Laser}}}{2\pi\sigma_{\text{Laser}}^2} \exp\left(-\frac{r^2}{2\sigma_{\text{Laser}}^2}\right) \quad (4.11)$$

definiert und ergibt zusammen mit der schon im Modellierungsverfahren I angenommenen exponentiellen Abschwächung der durch das Material mit der Tiefe z gehenden Laserstrahlung und der charakteristischen Länge s_{Laser} , als sogenannter Eindringtiefe bzw. $1/e$ -Abschwächungslänge, folgenden Wärmequellterm für die Wärmetransportgleichung

$$Q(r, z) = E_0 \exp\left(-\frac{r^2}{2\sigma_{\text{Laser}}^2}\right) \exp\left(-\frac{z}{s_{\text{Laser}}}\right). \quad (4.12)$$

Der Vorfaktor beider Exponentialfunktionen

$$E_0 = (1 - a) \frac{P_{\text{Laser}}}{2\pi\sigma_{\text{Laser}}^2 s_{\text{Laser}}} \quad (4.13)$$

beinhaltet mit der Albedo a das Reflexionsvermögen der Probenoberfläche, die Laserleistung P_{Laser} und Normierungen für die mit den Exponentialfunktionen beschriebenen Gesetzmäßigkeiten. Der Vorfaktor E_0 wird in den Simulationsrechnungen insgesamt als freier Parameter verwendet, ohne Separierung der in ihm enthaltenen

weiteren freien Parameter σ_{Laser} und s_{Laser} , obwohl der eigentliche durch ihn zu repräsentierende freie Parameter die Albedo a ist. Für die Abkühlphase verschwindet der Heizterm zu $Q(r, z) = 0$.

Die Randbedingungen für den zylinderförmigen Probenkörper sind nahezu gleich denen aus dem Modellierungsverfahren I. Um theoretisch auch den Fall berücksichtigen zu können, dass die Wärme der vom Laser beheizten Stelle der Probenoberfläche sich bis an den seitlichen Rand ausbreiten könnte, wurde die Randbedingung für den Strahlungsaustausch mit der Umgebung hier im Modellierungsverfahren II nicht nur für die Probenoberfläche nach Gleichung 4.6, sondern auch für den seitlichen Rand implementiert. Für den Boden der Probe wurde wie im Modell I die Randbedingung von thermischer Isolation gemäß Gleichung 4.7 gewählt.

Insgesamt handelt es sich in dem Modell um fünf anzupassende freie Parameter, welche aus den drei Parametern E_0 , σ_{Laser} und s_{Laser} zur Beschreibung der Heizphase mit dem Laser bestehen sowie k_L und l , welche die effektive Wärmeleitfähigkeit der Staubprobe definieren.

4.4.2 FEM-Modell

Zur numerischen Lösung der Wärmetransportgleichung 4.3 wurde in dem Modellierungsverfahren II die Finite-Elemente-Methode (FEM) mit dem kommerziellen Programm COMSOL *Multiphysics*® (Version 5.2a) verwendet. Die FEM-Modellierung setzt sich dabei aus folgenden Schritten zusammen:

1. **Geometrie der Probe:** Wegen der Reduktionsmöglichkeit der Berechnungen auf 2D aufgrund der Rotationssymmetrie des Wärmetransports in den zylinderförmigen Proben wird als Geometrie deren senkrechter Querschnitt gewählt, folglich ein Rechteck, das an der vertikalen Mittelachse als Symmetrieachse (= Position des Heizzentrums an der Probenoberfläche) nochmals halbiert wird. Das Rechteck erhält als Maße für Höhe und Breite die jeweils gemessenen Werte von Probenhöhe und Probenradius.
2. **Materialparameter der Probe:** Die Probengeometrie erhält die entsprechenden Werte der Materialparameter Dichte ρ , spezifische Wärmekapazität c_p , Wärmeleitfähigkeit k_{eff} und Emissionsgrad ε .
3. **Physikalische Gesetzmäßigkeiten:** Notwendige Gleichungen zur Beschreibung der zu simulierenden physikalischen Vorgänge wie Aufheizen der Probe mit dem Laser, Wärmetransport innerhalb der Probe und Wechselwirkung mit dem Außenraum (Vakuum) werden nach dem theoretischen Modell von Kapitel 4.4.1 gewählt bzw. implementiert.
4. **Physikalische Randbedingungen:** Den Ausführungen von Kapitel 4.4.1 entsprechend werden die Randbedingungen den Außenkanten des Probenrechtecks zugewiesen.
5. **Startbedingungen:** Als Initialwert der Simulation erhält die Probe eine konstante Temperatur, die aus den jeweiligen Temperaturmessungen der Probenoberfläche vor Beginn des Heizens bestimmt wurde.

- 6. Finite-Elemente-Gitter:** Zur Lösung des vorliegenden Wärmetransportproblems wird ein geeignetes Gitter gewählt. Um eine hohe Rechengenauigkeit zu ermöglichen, welche gerade in der Umgebung des Heizentrums, bei der zum Teil hohe Temperaturgradienten entstehen können, gefragt ist, wurde das Gitter des Probenrechtecks in zwei Bereiche unterteilt. Im Bereich um das Heizzentrum herum wurde eine höhere Gitterauflösung gewählt als in dem Rest des Probenrechtecks. Zur Wahl geeigneter Gitterparameter wurde eine spezielle Analyse durchgeführt, welche weiter unten näher erläutert wird.
- 7. Einstellungen zur Durchführung der Simulation:** Zur Lösung des zeitabhängigen Differentialgleichungssystems wurde eine zeitliche Auflösung von 0,1 s gewählt. Die gesamte Simulation wurde in zwei Schritte unterteilt: in die Heizphase, in der der Laser eingeschaltet ist, und in die Abkühlphase mit ausgeschaltetem Laser. Die Simulationsergebnisse des ersten Schritts werden dabei als Eingangsparameter für den zweiten Schritt der Simulation verwendet.

Finite-Elemente-Gitter

Die Verteilung und Form der Finiten Elemente des Modellierungsgitters auf der Fläche des Probenrechtecks wurden als unstrukturiert angeordnete Dreiecke gewählt, wobei die Größe der Elemente (als maximale Elementgröße angegeben) in der Nähe des Heizentrums kleiner gewählt wurden als im Rest der Probe, um eine hohe Genauigkeit der Berechnungen in den Bereichen hoher Temperaturgradienten zu ermöglichen. Dafür wurde das Probenrechteck in zwei Bereiche unterteilt: einen Bereich um das Heizzentrum herum mit hoher Gitterauflösung (Bereich 1) und den restlichen Bereich mit geringerer Auflösung (Bereich 2). Mit vergleichenden Simulationsrechnungen wurde analysiert, welche Form und Größe sich für den Bereich mit kleineren Gitterelementen eignet, um einen Kompromiss zwischen möglichst hoher Auflösung und gleichzeitig geringer Rechenzeit zu erreichen. Da die räumliche Ausbreitung der erwärmten Zone auf der Probenoberfläche während des Heizens unterschiedlich groß für die unterschiedlichen Probenarten ausfällt, soll abhängig von der Größe der Heizzone die Größe für den Bereich mit der feineren Gitterauflösung gewählt werden. Als exemplarische Vertreter für Probenarten mit sehr unterschiedlich starker und schneller Temperatúrausbreitung wurde für die Analyse eine gepresste (C1a) und eine mit der Random-Ballistic-Deposition-Methode erstellte Probe (RBD2) verwendet, um die Relevanz der einzelnen Analyseaspekte eingrenzen zu können. Verglichen wurden Simulationsrechnungen mit (a) einer gleichmäßig großen maximalen Elementgröße, (b) einer Region mit feinerem Gitter in einem Kreis um das Heizzentrum herum mit verschiedenen großen Radien und (c) einer ellipsenförmigen Region mit feinerer Gitterauflösung, wobei die große Halbachse entlang der Probenoberfläche verläuft. Die Größe der Radien für den Fall (b) wurden definiert über die Standardabweichung b einer Gauß-Kurve, die an die räumliche Temperaturverteilung der Probenoberfläche zum Endzeitpunkt des Heizens angepasst wurde. Es wurden Simulationen mit einer fein aufgelösten kreisförmigen Region mit einem Radius, der sowohl dem zweifachen ($R = 2b$) als auch dem dreifachen ($R = 3b$) Wert der angepassten Standardabweichung entspricht, jeweils mit einem Verhältnis der

maximalen Elementgröße von (1:2) und (1:3) für den Bereich von feinerer zu gröberer Gitterauflösung. Für den Fall (c) mit einer ellipsenförmigen Region mit feinerer Gitterauflösung wurde das Größenverhältnis von kleiner zu großer Halbachse der Ellipse von 1/2 gewählt und ebenfalls der Einfluss von der maximalen Elementgröße von fein zu grob aufgelöster Region im Größenverhältnis (1:2) und (1:3) verglichen.

In den Abbildungen 4.5 und 4.6 sind für die Proben C1a und RBD2 jeweils die Ergebnisse der Modellierungen für den Vergleichsparameter zwischen Modell und Messung (Vergleichskriterium bzw. -parameter wird im späteren Kapitel 4.4.3 genauer beschrieben) sowie für die Rechendauer dargestellt in Abhängigkeit der maximalen Gitterelementgröße. Der Wert der Rechendauer bezieht sich dabei auf eine einzelne reine FEM-Simulation, nicht um die Dauer eines gesamten Durchlaufs des Modellierungsverfahrens inklusive Suche nach den optimalen freien Modellparametern. Die Datenreihen, mit unterschiedlichen Symbolen gekennzeichnet, stehen für die in der Legende der Abbildungen genauer spezifizierten Konstellationen der Analyseparameter: Form der hochaufgelösten Gitterregion 1 und Größenverhältnis der maximalen Gitterelementgröße der Regionen 1 zu 2. Für die Fälle mit kreisförmigem Bereich 1, bei denen keine weitere Angabe zur Größe des Radius gemacht wurde, gilt $R = 2b$.

Für beide Proben ist in den oberen Abbildungen von 4.5 und 4.6 zu sehen, dass der Wert des Vergleichsparameters (welcher möglichst klein sein sollte) bis zu einer maximalen Elementgröße von $\sim 0,25 \text{ mm}$ nahezu konstant ist und für größere Elemente anwächst. Bis auf den Fall mit konstanter Elementgröße bei der RBD2-Probe unterscheiden sich die Werte für den Vergleichsparameter aller Datenreihen bei kleinen Elementgrößen kaum voneinander und zeigen erst bei größeren Gitterelementen den verschiedenen Einfluss auf das Simulationsergebnis und damit den Vergleichsparameter. Wie zu erwarten war, nimmt die Rechendauer der Simulationen mit kleiner werdenden Gitterelementen zu, erheblich sogar ab einer maximalen Elementgröße von ebenfalls $\sim 0,25 \text{ mm}$. Somit kann man folgern, dass die optimale Gitterkonstellation eine maximale Elementgröße von $< 0,25 \text{ mm}$ haben sollte und in dem Bereich eine möglichst geringe Rechendauer aufweisen. Es wurde sich für die Gitterkonstellation, die mit einem blauen Kreis symbolisiert wird, bei einer maximalen Elementgröße von $0,15 \text{ mm}$ entschieden. Der kreisförmige feiner aufgelöste Gitterbereich 1 mit einem Radius von $R = 2b$ und dem Verhältnis von maximaler Elementgröße für Bereich 1 zu 2 von (1:2) scheint für beide Proben bei relativ kurzer Rechendauer den kleinsten Wert für den Vergleichsparameter zu erzielen. Am Beispiel der RBD2 Staubprobe ist in der linken Grafik von Abbildung 4.7 ein Ausschnitt des Finite-Elemente-Gitters in der Region des Heizzentrums, das in der oberen linken Ecke der Abbildung bei den r/z -Koordinaten $(0, 0)$ liegt, dargestellt und in der rechten Grafik die dazugehörige modellierte Temperaturverteilung.

4.4.3 Vergleichskriterium von Messung und Modell

Um das Maß der Übereinstimmung von Simulationsergebnissen zu Messergebnissen bestimmen zu können, wurde für die zweidimensionale Darstellung der Ergebnisse für die Probenoberflächentemperatur in räumlicher und zeitlicher Dimension ein Raster mit 100×100 Vergleichspunkten erstellt. Die Punkte des Rasters sind gleich-

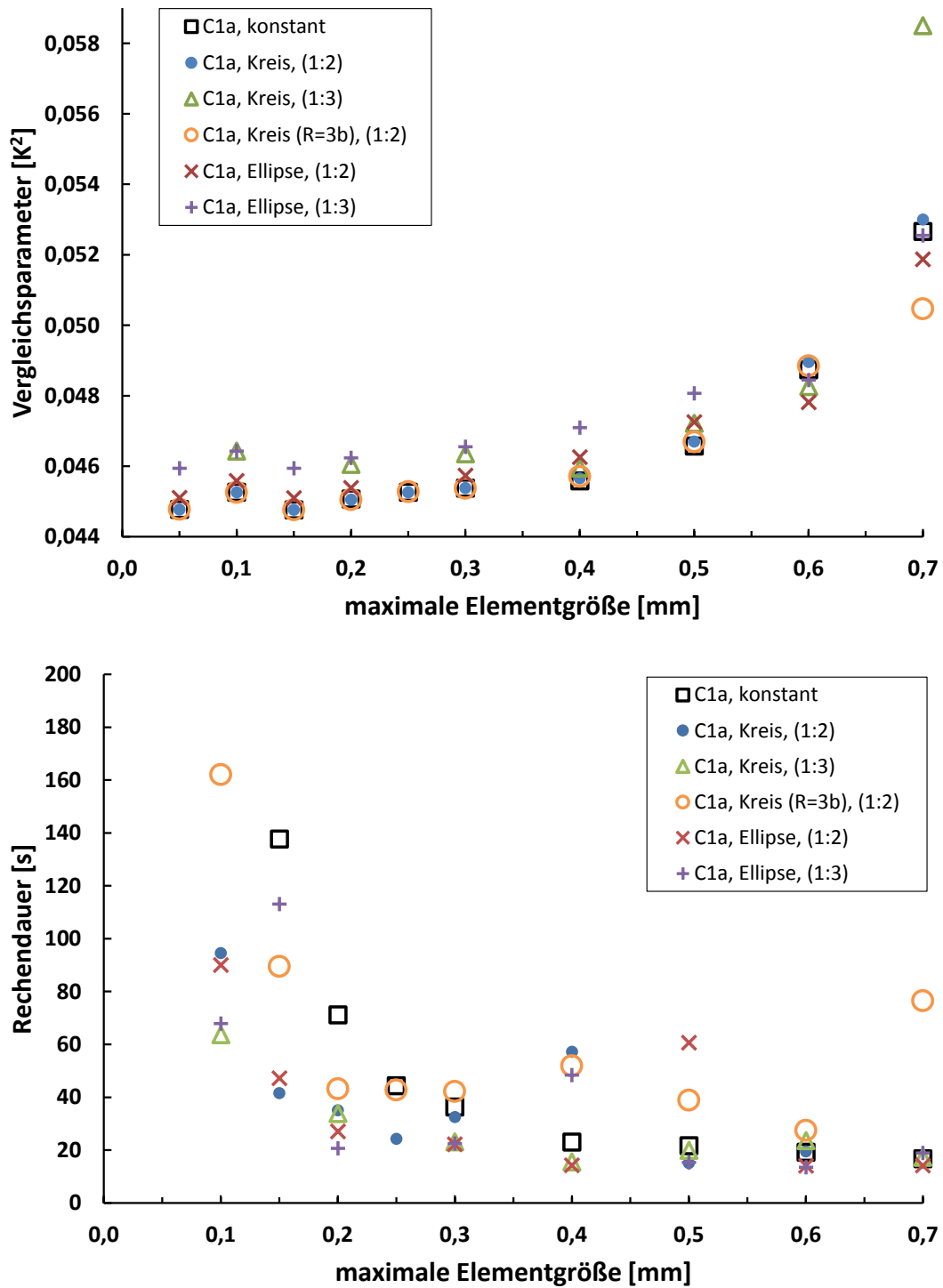


Abbildung 4.5: Simulationsergebnisse der Probe C1a für den Vergleichsparameter zum Überprüfen der Übereinstimmung von Messung und Modell (oben) und für die Rechendauer (unten) in Abhängigkeit der maximalen Elementgröße des FEM-Gitters. Die Nomenklatur der Legende beinhaltet folgende Informationen: Symbol, Probenname, Form der Region mit feinerer Gitterauflösung, Größenverhältnis der maximalen Gitterelementgröße von fein zu gröber aufgelöster Region.

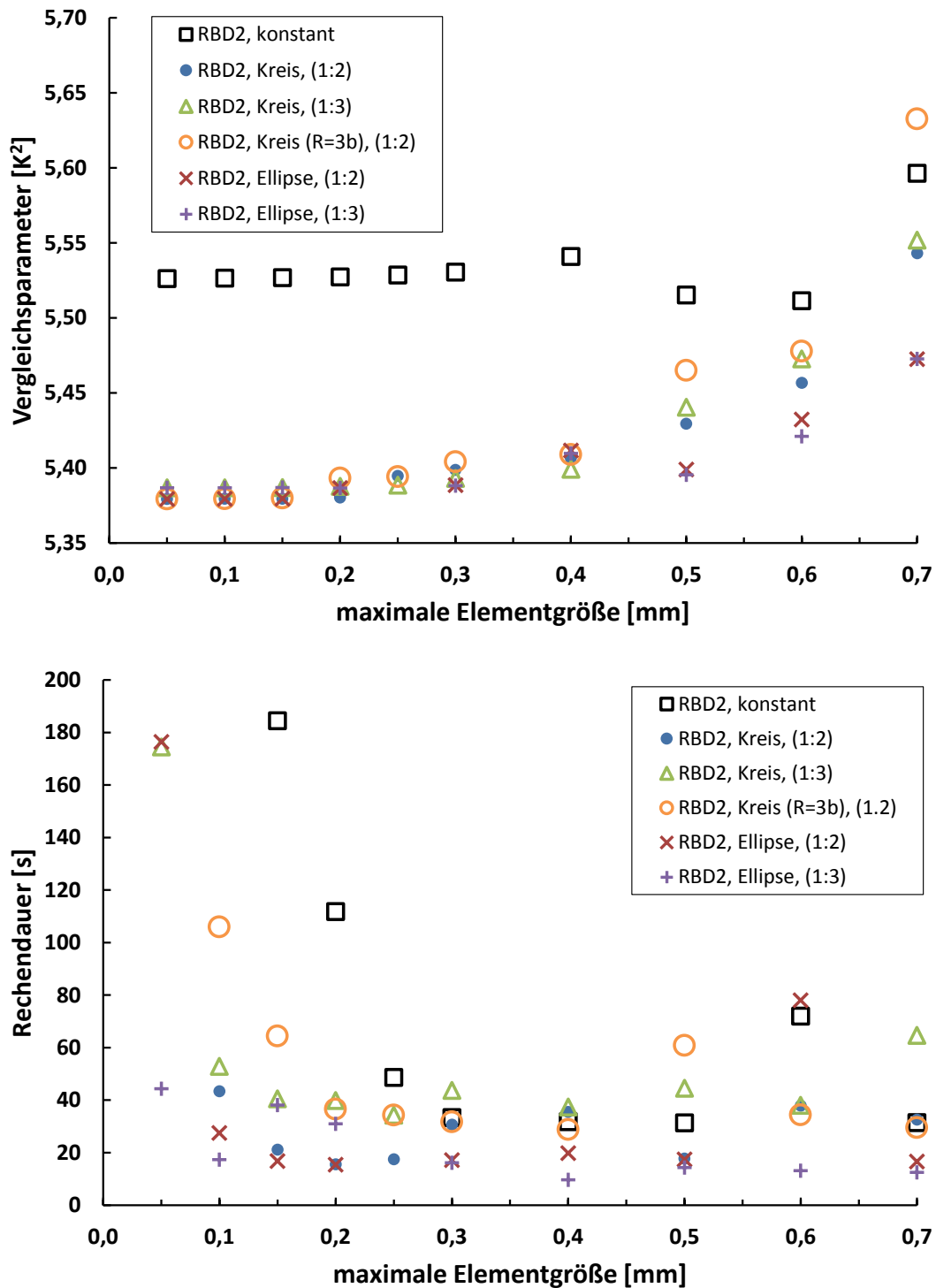


Abbildung 4.6: Simulationsergebnisse der Probe RBD2 für den Vergleichsparameter zum Überprüfen der Übereinstimmung von Messung und Modell (oben) und für die Rechendauer (unten) in Abhängigkeit der maximalen Elementgröße des FEM-Gitters. Die Nomenklatur der Legende beinhaltet folgende Informationen: Symbol, Probenname, Form der Region mit feinerer Gitterauflösung, Größenverhältnis der maximalen Gitterelementgröße von fein zu gröber aufgelöster Region.

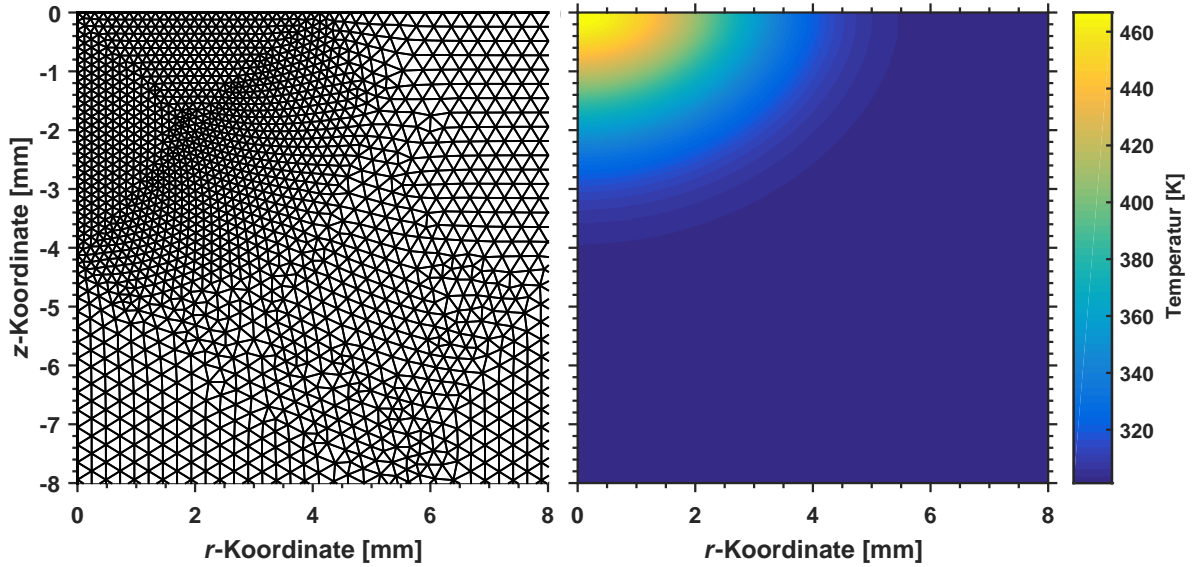


Abbildung 4.7: Links: Ausschnitt aus dem Finite-Elemente-Gitter für die Probe RBD2 um das Heizzentrum herum, welches bei den r -/ z -Koordinaten $(0,0)$ liegt. Rechts: Entsprechende Temperaturverteilung im Inneren der Probe RBD2 als Ergebnis der FEM-Modellierung zum Zeitpunkt des Heizendes.

mäßig verteilt, wobei die Begrenzungen sich an den Messergebnissen orientieren. Der zu vergleichende Zeitabschnitt reicht von Beginn des Heizens bis zur dreifachen Dauer von Heizanfang bis zum Heizende, bzw. bis zum Ende der Messung, falls dieses vorzeitiger ist. Die räumliche Vergleichsregion verteilt sich von dem Heizzentrum bis zu dem dreifachen Wert der Standardabweichung einer angepassten Gauß'schen Verteilungsfunktion an die räumliche Temperaturverteilung zum Zeitpunkt des Heizendes. Mit dieser Art des Rasters ist gewährleistet, dass stets die gleiche Charakteristik der ausgebildeten Temperaturkurve in zeitlicher und räumlicher Dimension miteinander verglichen wird, da der Wärmetransport der einzelnen Probenarten sich in Zeit und Raum stark voneinander unterscheiden kann. (Die zeitliche Auflösung der mit der IR-Kamera gemessenen Oberflächentemperatur beträgt $0,02$ s und die räumliche Auflösung $\sim 0,3$ mm.) Für den direkten Vergleich der Ergebnisse werden an den Punkten des Rasters die Daten aus Messung und Simulation interpoliert. Der Vergleichsparameter als Kriterium zu Beurteilung der Übereinstimmungsgüte wird bestimmt über die mittlere quadratische Abweichung der Temperaturwerte aus Modell und Messung an den Positionen des Vergleichsrasters nach

$$\langle \Delta T^2 \rangle = \frac{\sum_{i=1}^{100} \sum_{j=1}^{100} \left(T_{\text{Modell}}(t_i, r_j) - T_{\text{Messung}}(t_i, r_j) \right)^2}{100 \times 100}. \quad (4.14)$$

4.4.4 Suche nach den optimalen freien Modellparametern

Die Suche nach der Konstellation an freien Parametern, die zu einer bestmöglichen Übereinstimmung der Modell- und Messergebnisse führt, entspricht der Suche nach

dem Minimum des Vergleichsparameters als Funktion der freien Parameter. Der als Minimum identifizierte Vergleichsparameterwert wird im Folgenden mit $\langle \Delta T^2 \rangle_{\min}$ bezeichnet. Für eine automatisierte Suche nach den optimalen Werten für die freien Parameter, welche zu einem Minimum von Gleichung 4.14 führen, wurde die Funktion *Fminsearch* von MATLAB verwendet. Für die *Fminsearch*-Funktion müssen Startwerte für die abhängigen Variablen der zu minimierenden Funktion vorliegen, die programmintern verwendet werden, um sich schrittweise und speziellen Abbruchkriterien entsprechend einem Minimum anzunähern (nähere Erläuterungen zur *Fminsearch*-Funktion siehe Anhang A). Da die *Fminsearch*-Funktion anfällig dafür ist, bei einem lokalen Minimum die Suche abubrechen, auch beeinflusst durch die Wahl geeigneter bzw. eher ungeeigneter Initialparameter, musste ein Verfahren entwickelt werden, um sicherzustellen, dass tatsächlich ein globales Minimum gefunden wird.

Zuerst wurden mit grob angepassten Startwerten für alle fünf freien Parameter Laserprofilvorfaktor E_0 , Breite des gaußförmigen Laserprofils σ_{Laser} , Eindringtiefe der Laserstrahlung s_{Laser} , Wärmeleitfähigkeit k_L und effektive Strahlungslänge l FEM-Modellrechnungen durchgeführt, bis die *Fminsearch*-Funktion ein Minimum des Vergleichsparameters gefunden hat. Um zu überprüfen, ob es sich nur um ein lokales oder ein globales Minimum handelt, wurden daraufhin Simulationen für fest vorgegebene Werte der Wärmeleitfähigkeit k_L gerechnet, während die anderen vier freien Modellparameter weiterhin frei blieben. Durch die Vorgabe einer Reihe bestimmter k_L -Werte ist es möglich, grafisch die Ergebnisse für den jeweils gefunden Minimalwert für den Vergleichsparameter in Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit darzustellen und zu sehen, ob der vorher mit der *Fminsearch*-Funktion identifizierte Optimalwert für k_L wirklich dem absoluten Minimum für den Vergleichsparameter entspricht. Falls nicht, wurde eine erneute *Fminsearch*-Suche mit entsprechenden Simulationsrechnungen initiiert mit Startwerten für die freien Parameter, welche den kleinsten Wert für den Vergleichsparameter bei den Modellierungen mit der vorgegebenen Reihe von k_L -Werten ergeben haben.

4.5 Ergebnisse von Modellierungsverfahren II

Mit dem Modellierungsverfahren II wurden für alle in Tabelle 3.2 angegebenen Proben Simulationen durchgeführt, um für die fünf freien Parameter des Modells, der Vorfaktor E_0 der als Wärmequelle fungierenden IR-Laser-Funktion, die Breite des gaußförmigen Laserprofils σ_{Laser} , die Eindringtiefe der Laserstrahlung s_{Laser} , die Wärmeleitfähigkeit k_L und effektive Strahlungslänge l , mithilfe eines Optimierungsverfahrens eine Konstellation zu finden, welche die modellierte Temperaturentwicklung der Staubproben für deren Aufheiz- und Abkühlphase zur Deckung mit den experimentell ermittelten Resultaten bringt. Die Ergebnisse für die dementsprechend als optimal gefundenen Werte der freien Modellparameter sind in Tabelle 4.2 aufgelistet, wobei der Vorfaktor der Laserfunktion E_0 nach Gleichung 4.13 als Albedo a umgerechnet wurde, um ihn physikalisch besser interpretieren zu können und auch unabhängig von der verwendeten Laserintensität darzustellen.

An den Ergebnissen der gepressten Proben C1 und C2 mit der unterschiedlichen Kennzeichnung a und b für die unterschiedlich verwendeten Laserleistungen P_{Laser}

ist ersichtlich, dass die in den experimentellen Messungen variierte Laserleistung keinen Einfluss auf die Modellierungsergebnisse hat und zudem die Reproduzierbarkeit der Simulationsrechnungen beweist. Obwohl man die ermittelten Parameterwerte der jeweiligen Proben a und b zusammenfassen könnte, wurden sie für die weitere Auswertung als individuelle Messergebnisse aufgefasst.

In Abbildung 4.8 sind für vorgegebene Werte der Wärmeleitfähigkeit k_L die Ergebnisse des Optimierungsverfahrens für die Vergleichsfunktion $\langle \Delta T^2 \rangle$ zur Anpassung der freien Modellparameter als Kreuze und das Resultat der allgemeinen Suche nach dem Minimum in Abhängigkeit aller freien Modellparameter (siehe Gleichung 4.14) als Kreis symbolisiert gegen die Wärmeleitfähigkeit k_L am Beispiel der gepressten gesinterten Probe C_T2_05_25 aufgetragen. Derartige Abbildungen für alle analysierten Proben sind im Anhang B.1 zu finden. Diese Art der Darstellung soll einerseits die Qualität des gefundenen Endergebnisses für das bestpassende Set aller freien Modellparameter anhand des freien Parameters der Wärmeleitfähigkeit k_L visualisieren und andererseits die Überprüfung ermöglichen, ob es sich tatsächlich um das absolute Minimum handelt. Da es schwer ist, eine Angabe für die Unsicherheit der mit den Modellierungen ermittelten bestpassenden freien Parametern anzugeben, wurde zumindest für die Wärmeleitfähigkeit k_L ein Unsicherheitsmaß gewählt. Als Unsicherheit für die Wärmeleitfähigkeit werden, als Konfidenzintervall KI formuliert, die Werte oberhalb und unterhalb des als optimal gefundenen Werts von k_L angegeben, die einen 1,5-fachen Wert des gefundenen absoluten Minimums von $\langle \Delta T^2 \rangle$ ergeben würden. In Abbildung 4.8 entspricht das Konfidenzintervall den beiden Schnittpunkten der Kreuzsymbol-Kurve mit der gestrichelten Linie, die den 1,5-fachen Wert des Kurvenminimums angibt. Der Faktor bei der Definition des Konfidenzintervalls von 1,5 erschien bei Berücksichtigung der Kurvenlage aller Proben zueinander als angemessene und sinnvolle Grenze.

Vergleicht man die Kurven des Vergleichskriteriums aus Anhang B.1 von allen Proben miteinander, so zeigt sich bis auf wenige Ausnahmen ein deutlich ausgebildetes Minimum von $\langle \Delta T^2 \rangle$ bezüglich der Wärmeleitfähigkeit k_L , wobei im Bereich hin zu kleineren Werten von k_L der Anstieg der Vergleichsfunktionswerte steiler ist als hin zu größeren Werten von k_L , so dass die Werte des Konfidenzintervalls nicht symmetrisch um den bestpassenden Wert liegen. Qualitativ betrachtet ergeben sich die kleinsten Werte für das gefundene Minimum des Vergleichskriteriums $\langle \Delta T^2 \rangle_{\min}$ als Maß für die Abweichung der gemessenen und modellierten Temperaturdaten für die gepressten Proben (siehe dazu auch Tabelle 4.2) und die größten für die gesiebten und die RBD-Proben, was zum einen die Güte der jeweiligen Anpassung der freien Modellparameter repräsentiert und zum anderen auch mit dem Grad der maximalen Erwärmung der einzelnen Proben in Zusammenhang zu stehen scheint.

Die zeitliche und räumliche, im Abstand zum Heizzentrum angegebene, Temperaturentwicklung der Staubprobenoberfläche während der Heiz- und Abkühlphase ist in Abbildung 4.9 als Ergebnisvergleich von Messung (obere linke Abb.) und Modellierung (obere rechte Abb.) ebenfalls am Beispiel der gepressten gesinterten Probe C_T2_05_25 zu sehen. Die zusätzlich als schwarze Konturlinien eingezeichneten Isothermen haben untereinander einen Temperaturabstand von 1/10 der Spanne der Temperaturskala. Eine gleichartige Darstellung für alle mit dem Modellierungsverfahren II simulierten Staubproben befindet sich im Anhang B.2. Im direkten

Tabelle 4.2: Übersicht von Probenbezeichnung, Volumenfüllfaktor und den Ergebnissen des Modellierungsverfahrens II für die Suche nach den am besten passenden freien Modellparametern zur Rekonstruktion der mit der IR-Kamera gemessenen Oberflächentemperatur der Proben. (Die Probe C1b entspricht der Probe C1 aus dem Modellierungsverfahren I bzw. Krause et al. (2011).)

Probe	ϕ	$\langle \Delta T^2 \rangle_{\min}$ [K ²]	a	σ_{Laser} [mm]	s_{Laser} [mm]	l [mm]	k_L [W m ⁻¹ K ⁻¹]	KI
C1a	0,54	0,009	0,989	1,8	0,13	0,02	0,091	[0,068; 0,117]
C1b	0,54	0,020	0,988	1,8	0,16	0,01	0,103	[0,084; 0,113]
C2a	0,50	0,117	0,984	1,5	0,15	0,03	0,045	[0,030; 0,057]
C2b	0,50	0,305	0,983	1,5	0,17	0,04	0,050	[0,043; 0,053]
C_T1_02_08	0,60	0,049	0,996	0,8	0,19	0,12	0,048	[0,035; 0,048]
C_T1_04_44	0,60	0,180	0,998	0,9	0,10	0,10	0,031	[0,017; 0,053]
C_T2_03_04	0,63	0,099	0,997	1,0	0,12	0,09	0,059	[0,029; 0,091]
C_T2_05_25	0,63	0,621	0,997	0,8	0,10	0,10	0,049	[0,013; 0,145]
C_T3_04_01	0,69	0,028	0,997	1,1	0,10	0,10	0,147	[0,086; 0,264]
C_T3_04_38	0,69	0,050	0,997	1,0	0,11	0,10	0,119	[0,068; 0,212]
C_T3_07_05	0,69	0,048	0,996	0,9	0,11	0,09	0,152	[0,094; 0,256]
S1	0,29	4,846	0,874	1,5	0,13	1,95	0,017	[0,005; 0,032]
S2	0,24	2,737	0,809	1,4	0,25	1,72	0,015	[0,003; 0,028]
S3	0,16	3,461	0,775	1,7	0,24	1,24	0,025	[0,007; 0,028]
RBD1	0,15	2,820	0,926	1,5	0,42	0,03	0,045	[0,016; 0,070]
RBD2	0,15	3,446	0,925	1,4	0,25	1,27	0,034	[0,008; 0,062]

ϕ : Volumenfüllfaktor der Staubprobe

$\langle \Delta T^2 \rangle_{\min}$: Minimumwert für das Vergleichskriterium von Modell und Messung

a : Albedo der Staubprobe

σ_{Laser} : Breite des gaußförmigen Laserprofils

s_{Laser} : Eindringtiefe des Lasers in die Probe

l : effektive Strahlungslänge

k_L : Wärmeleitfähigkeit der Staubprobe

KI : Konfidenzintervall von k_L für $1,5 \cdot \langle \Delta T^2 \rangle_{\min}$

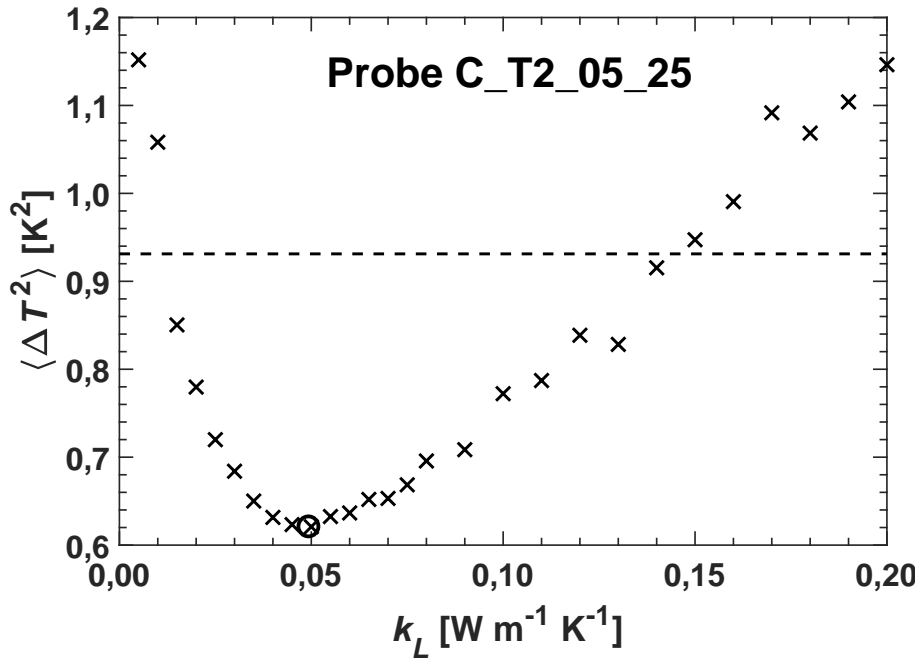


Abbildung 4.8: Mittlere quadratische Abweichung der räumlichen und zeitlichen Temperaturverteilung zwischen Modell und Messung in Abhängigkeit vorgegebener Werte für die Wärmeleitfähigkeit k_L dargestellt am Beispiel der gepressten und bei $T_2 \approx 1373$ K gesinterten Probe C_T2_05_25. Das Kreissymbol zeigt das Endergebnis für die Suche nach dem optimalen Set aller freien Modellparameter.

Vergleich, vor allem anhand der Lage der Isothermen, ist die sehr gute Übereinstimmung der modellierten Temperaturdaten durch die optimierte Anpassung der freien Modellparameter mit denen der Messung sowohl in räumlicher als auch zeitlicher Dimension zu erkennen.

Um einen Eindruck zu gewinnen, wie gut die Qualität der angepassten freien Modellparameter ist, die zu einem absoluten Minimum des Vergleichskriteriums führen, zeigen die unteren Grafiken von Abbildung 4.9 die Modellierungsergebnisse mit optimierter Parameteranpassung, aber vorgegebenen k_L -Werten gleich denen der äußersten Grenzen des Konfidenzintervalls KI ebenfalls am Beispiel der gepressten gesinterten Probe C_T2_05_25. In der unteren linken Abbildung ist die räumliche und zeitliche Temperaturentwicklung der Simulation für den Wert $k_L = 0,013 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und in der unteren rechten Abbildung die für $k_L = 0,145 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ zu sehen, wobei der das absolute Minimum $\langle \Delta T^2 \rangle_{\min}$ erzeugende Wert von $k_L = 0,049 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ der oberen rechten Abbildung entspricht. Die Werte des Konfidenzintervalls entstammen den Schnittpunkten der zugehörigen Abbildung 4.8 von der gestrichelten Linie mit der Kurve der Kreuz-Symbole. Die Lage der Isothermen für die in den unteren Grafiken von Abbildung 4.9 gezeigten Grenzen des Konfidenzintervalls von k_L würden sich beide eignen, die gemessene Temperaturverteilung der oberen linken Grafik zu repräsentieren, zeigen jedoch jeweils charakteristische, ausgeprägte Formen, die in der bestangepassten Modellierung (Grafik oben rechts) abgemildert und tatsächlich

als bester Kompromiss zwischen beiden Grenzfällen erscheint.

Eine spezifische Analyse der mit dem Modellierungsverfahren II ermittelten Ergebnisse für die freien Modellparameter, die in Tabelle 4.2 zusammengefasst sind, wird in Kapitel 6 durchgeführt.

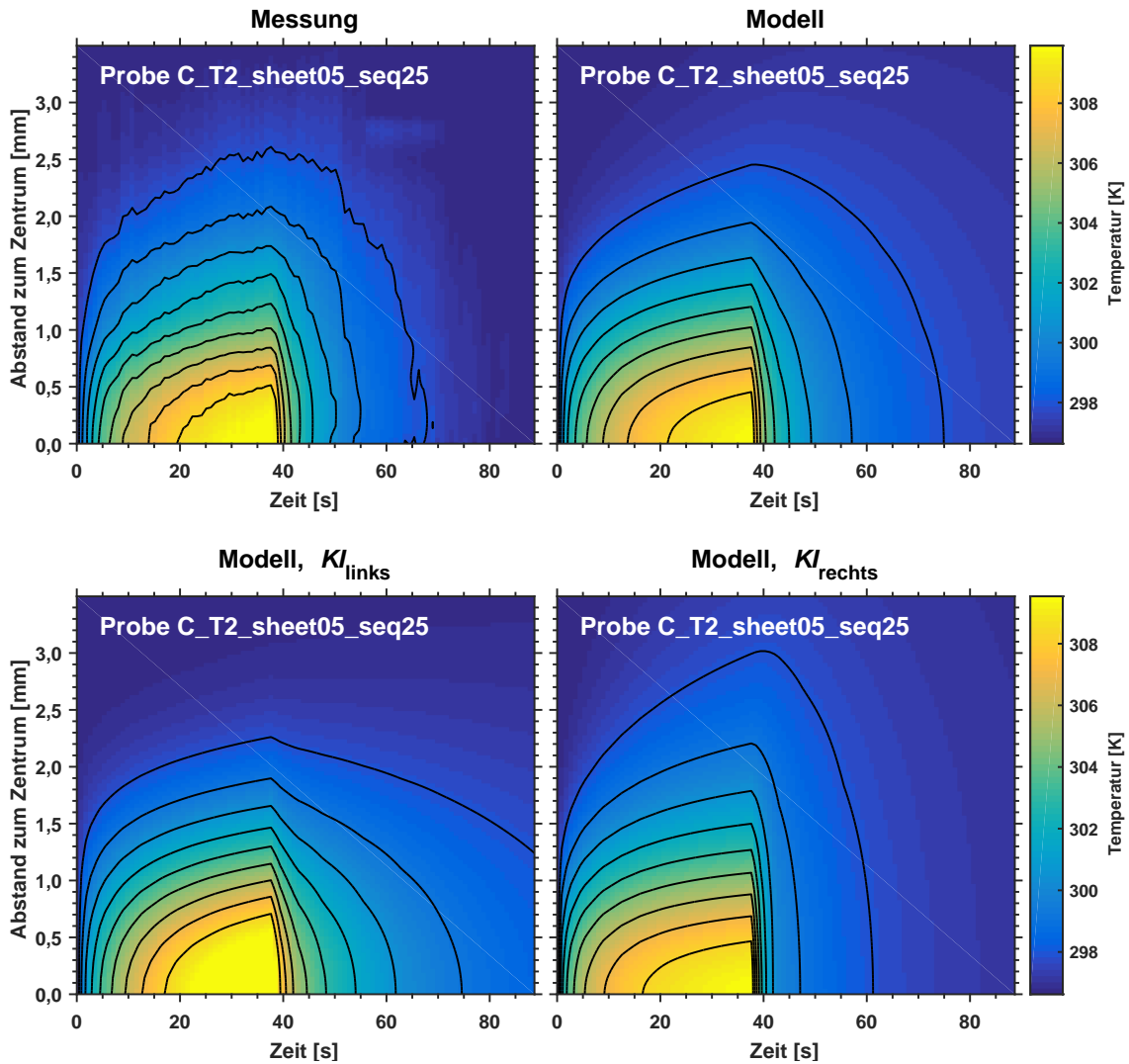


Abbildung 4.9: Räumliche und zeitliche Temperaturverteilung aus der Messung mit der Wärmebildkamera (**oben links**) und als Ergebnis der FEM-Modellierung (**oben rechts**) am Beispiel der gepressten bei $T_2 \approx 1373$ K gesinterten Probe C_T2_05_25. Die schwarzen Isothermen haben untereinander einen äquidistanten Temperaturabstand von 1/10 des gezeigten Bereichs der Temperaturskala. Die Abbildungen **unten links** und **unten rechts** zeigen die Modellierungsergebnisse mit vorgegebener Wärmeleitfähigkeit k_L des linken und rechten Werts des Konfidenzintervalls $KI = [0,013; 0,145]$ $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$, wobei der als optimal gefundene Wert von $k_L = 0,049$ $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ der oberen rechten Abbildung entspricht.

5 Modell zur Wärmeleitung eines 2-Kugel-Kontakts in Abhängigkeit des Sintergrades

Als Grundlage zum Verständnis der Interpretation der Wärmeleitfähigkeit von gesinterten Staubproben im nächsten Kapitel sei an dieser Stelle eine theoretische Betrachtung eingefügt, die sich der Situation von zwei sich berührenden Kugeln, zwischen denen der Wärmetransport durch Leitung nur über deren Kontaktfläche stattfindet, im Detail widmet. Insbesondere soll der Einfluss des während des Sinterprozesses wachsenden Sinterhalses als größer werdende Kontaktstelle des Kugelpaares untersucht werden. Vereinfacht wird davon ausgegangen, dass die Geometrie der Verschmelzung beider Kugeln während des Sinterns sich als Kugeln abzüglich von wachsenden Kugelkappen im Bereich der Kontaktstelle beschreiben lässt, wie in Abbildung 5.1 als Querschnitt dargestellt, und sie somit eine Kontaktfläche gleich einer Kreisfläche mit dem Radius r_K haben. Es wird in dem hier entwickelten reduzierten Modell nur der Wärmetransfer über Leitung durch das Festkörpermateriale des Kugelpaares betrachtet, ohne Berücksichtigung von Wärmestrahlungsaustausch der Oberflächen, und in Kapitel 6.4 mit den Ergebnissen aus Messung und Modellierung für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der analysierten gesinterten Staubproben in Verbindung gebracht.

Allgemeiner Ausgangspunkt für die Analyse des 2-Kugel-Kontaktes ist das Fourier'sche Gesetz

$$\mathbf{q} = -k \nabla T, \quad (5.1)$$

das sich aus der Wärmestromdichte \mathbf{q} , der Wärmeleitfähigkeit k und dem Gradienten der Temperatur T zusammensetzt. Betrachtet man den eindimensionalen Wärmetransport bzw. die pro Zeiteinheit übertragene Wärmemenge durch einen Körper mit der senkrecht zum eindimensionalen Wärmefluss stehenden Fläche A und der Dicke Δx , an welcher die Temperaturdifferenz ΔT anliegt, so lässt sich das Fourier'sche Gesetz folgendermaßen formulieren

$$\dot{Q} = qA = -kA \frac{\Delta T}{\Delta x}. \quad (5.2)$$

Diese Gleichung kann analog zu dem Ohm'schen Gesetz

$$I = \frac{U}{W_{el}} \quad (5.3)$$

für den Zusammenhang aus Strom I , elektrischem Widerstand W_{el} ¹ und Spannung U betrachtet werden, woraus sich der thermische Widerstand zu

$$W_{th} = \frac{\Delta x}{kA} \quad (5.4)$$

ergibt. Für den Fall, dass das Material des betrachteten Körpers nicht homogen ist, sondern sich aus verschiedenen Materialschichten zusammensetzt, ergibt sich je nach Orientierung der Schichten zum Wärmefluss der resultierende Widerstand in Analogie zum elektrischen Stromkreis zu

$$\frac{1}{W_{th, \text{parallel}}} = \sum_i \frac{1}{W_{th, i}} \quad (5.5)$$

für parallel angeordnete Schichten und zu

$$W_{th, \text{seriell}} = \sum_i W_{th, i} \quad (5.6)$$

für in Reihe angeordnete Schichten.

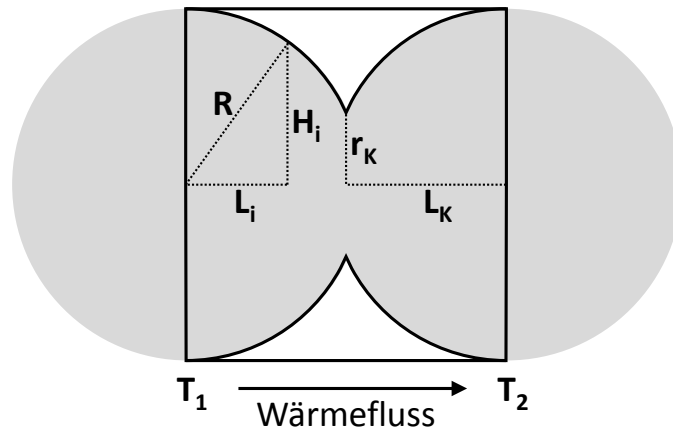


Abbildung 5.1: Querschnittsskizze zur Wärmeleitung zwischen zwei durch Sintern ineinander gedrunghenen Kugeln, die eine kreisförmige Kontaktfläche mit dem Radius r_K bilden. Zur Bestimmung der seriellen thermischen Widerstände senkrecht zum horizontalen Wärmefluss innerhalb des schwarz eingerahmten Rechtecks der Länge $2L_K$ sind gekennzeichnet der Kugelradius R und zur Berechnung der Kreisfläche für die Schicht i der Radius H_i für den Abstand L_i vom linken Kugelzentrum.

Bei dem hier betrachteten Wärmetransport durch zwei sich berührende Kugeln, die aufgrund des Sinterprozesses eine kreisförmige Kontaktfläche von $A_K = \pi r_K^2$ ausgebildet haben, wird davon ausgegangen, dass die Wärme eindimensional und parallel zur Verbindungsachse aufgrund der vorliegenden Temperaturdifferenz $\Delta T = T_1 - T_2$ zwischen beiden Kugeln von der höheren Temperatur T_1 zur niedrigeren Temperatur T_2 fließt. Interpretiert man den thermischen Widerstand in dem schwarz

¹Der Widerstand wird hier entgegen der allgemein üblichen Schreibweise mit W bezeichnet, um ihn deutlich von dem Kugelradius R unterscheiden zu können.

eingerahmten Rechteck in Abbildung 5.1 zusammengesetzt aus vielen hintereinander liegenden Schichten senkrecht zum Wärmefluss, so kann die resultierende Wärmeleitfähigkeit des Kugel-Kontakts mit in Reihe geschalteten seriellen thermischen Widerständen als

$$k_{KK} = \frac{\Delta x}{A} \frac{1}{W_{th,seriell}} \quad (5.7)$$

mit

$$W_{th,seriell} = \sum_i \frac{\Delta x_i}{k_i A_i} \quad (5.8)$$

formuliert werden. Die Grundfläche A entspricht der Kreisfläche mit dem Kugelradius R und die Länge dem Abstand beider Kugelzentren $\Delta x = 2L_K$, wobei

$$L_K = \sqrt{R^2 - r_K^2} = R \sqrt{1 - \left(\frac{r_K}{R}\right)^2} \quad (5.9)$$

gilt. Da das Kugelpaar sich im Vakuum befindet und kein Wärmetransfer über Strahlung berücksichtigt wird, trägt zur Wärmeleitung in den einzelnen Schichten mit Laufindex i hauptsächlich die Größe der senkrecht zum Wärmefluss ausgerichteten Kreisfläche $A_i = \pi H_i^2$ bei². Der Radius H_i berechnet sich aus dem Zusammenhang zwischen dem Kugelradius R und dem Abstand L_i der Schicht i zum linken Kugelzentrum nach

$$H_i = \sqrt{R^2 - L_i^2}, \quad (5.10)$$

so dass der serielle thermische Widerstand von Gleichung 5.8 sich mit gleicher und konstanter Wärmeleitfähigkeit in jeder Schicht $k_i = k$ zu

$$W_{th,seriell} = \frac{1}{\pi k} \sum_i \frac{1}{R^2 - L_i^2} \Delta x_i \quad (5.11)$$

ergibt. Geht man von unendlich vielen Schichten bzw. einer infinitesimal dünnen Schichtdicke Δx_i aus, so lässt sich die Summe als Integral darstellen

$$W_{th,seriell} = \frac{2}{\pi k} \int_0^{L_K} \frac{1}{R^2 - L^2} dL, \quad (5.12)$$

wobei aufgrund der Spiegelsymmetrie bezüglich der Kontaktfläche beider Kugeln die Integration nicht in den Grenzen $[0, 2L_K]$ erfolgt, sondern sich zweifach innerhalb der Grenzen $[0, L_K]$ durchführen lässt. Das Ergebnis lautet für $L_K < R$

$$\begin{aligned} W_{th,seriell} &= \frac{2}{\pi k R} \operatorname{Artanh} \frac{L_K}{R} \\ &= \frac{1}{\pi k R} \ln \frac{R + L_K}{R - L_K} \\ &= \frac{1}{\pi k R} \ln \frac{1 + \sqrt{1 - (r_K/R)^2}}{1 - \sqrt{1 - (r_K/R)^2}}. \end{aligned} \quad (5.13)$$

²Wären die Kugeln nicht im Vakuum, sondern z. B. in einer gasförmigen Umgebung, würde sich der thermische Widerstand jeder einzelnen seriellen Schicht noch zusätzlich aus einem parallelen Widerstandsbeitrag des Gases mit entsprechend restlichem Flächenanteil zusammensetzen.

Somit folgt für die Wärmeleitfähigkeit des kontaktierenden Kugelpaares aus Gleichung 5.7

$$k_{KK} = 2k \sqrt{1 - \left(\frac{r_K}{R}\right)^2} \left(\ln \frac{1 + \sqrt{1 - (r_K/R)^2}}{1 - \sqrt{1 - (r_K/R)^2}} \right)^{-1}. \quad (5.14)$$

In Abbildung 5.2 ist der funktionale Zusammenhang der Gleichung als normierte Wärmeleitfähigkeit, d. h. k_{KK}/k bzw. $k = 1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, in Abhängigkeit des Verhältnisses von Kontaktradius zu Partikelradius r_K/R grafisch dargestellt.

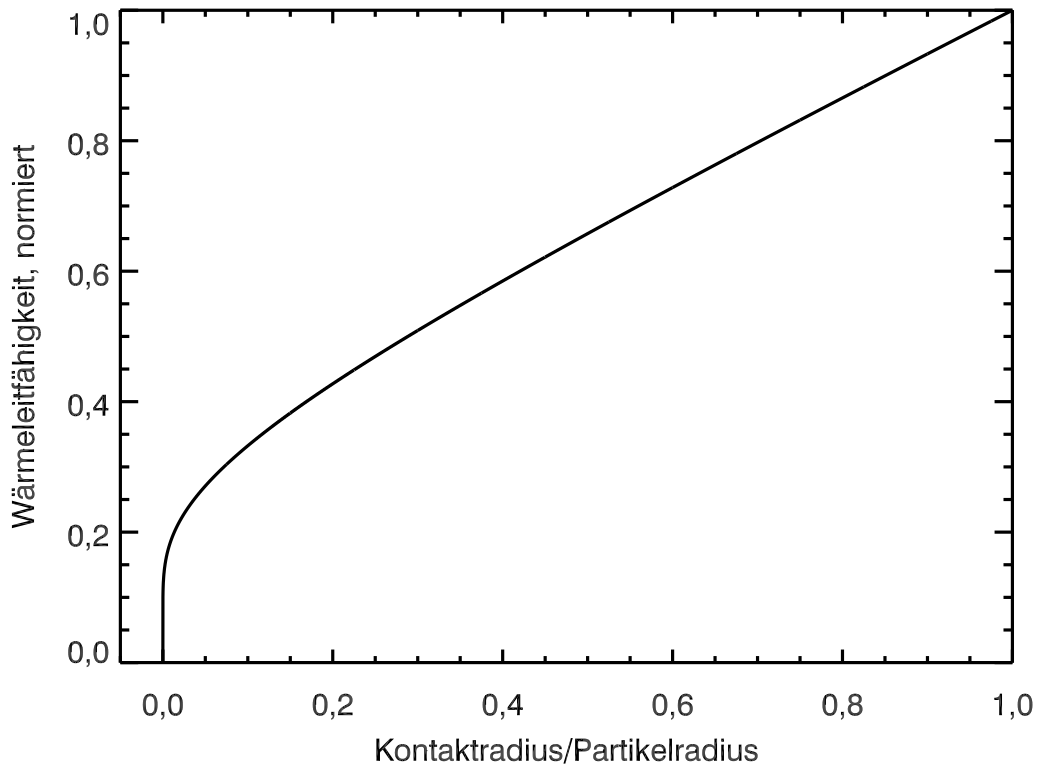


Abbildung 5.2: Normierte Wärmeleitfähigkeit eines 2-Kugel-Kontakts in Abhängigkeit des Verhältnisses von Kontaktradius zu Partikelradius als Maß für den Sintergrad.

Die durchgeführte theoretische Betrachtung mit Interpretation des thermischen Widerstands des Kugel-Kontakts im Reihenschaltungsbild zeigt, dass die Form der sich berührenden Partikel als Kugeln maßgeblichen Einfluss auf das Ergebnis der resultierenden Wärmeleitung hat. Die Krümmung der Kurve in Abbildung 5.2 für kleine Werte von r_K/R kann anschaulich damit erklärt werden, dass die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit über in Reihe geschaltete thermische Widerstände im Grunde genommen einer Berechnung des harmonischen Mittels der senkrecht zum Wärmestrom stehenden von Festkörpermateriale belegtem Flächenanteil entspricht. Gleichungen 5.7 und 5.8 zusammengefasst und anders dargestellt (für $\Delta x_i = \text{konst.}$ und $k_i = k = \text{konst.}$ für jede Schicht sowie die Anzahl der Schichten $\Delta x/\Delta x_i = N$), ergeben eine Gleichung zur Berechnung des harmonischen Mittels des zur Wärmeleitung beitragenden Flächenanteils A_i/A multipliziert mit dem Wärmeleitfähigkeits-

wert des Festkörpermaterials gemäß

$$k_{KK} = \frac{\Delta x}{A} \left(\sum_{i=1}^N \frac{\Delta x_i}{k_i A_i} \right)^{-1} = k N \left(\sum_{i=1}^N \frac{1}{A_i/A} \right)^{-1}. \quad (5.15)$$

Anders formuliert: Der Wert der Wärmeleitfähigkeit des Kugelmaterials wird gewichtet mit dem harmonischen Mittelwert des senkrecht zum Wärmefluss stehenden Flächenanteils des Kugelkontakts. Da beim harmonischen Mittel die kleinen Werte des Arguments (hier: A_i/A) das Ergebnis überwiegen, folgen der Kugelkrümmung entsprechend für kleine Verhältniswerte von r_K/R wesentlich kleinere Werte für k_{KK} als für größere Verhältniswerte, womit sich die charakteristische Form der Kurve in Abbildung 5.2 ergibt.

Das vorgestellte Modell zur Beschreibung des Wärmetransports durch Leitung bei einem Kugelpaar, welches miteinander in Berührung steht, lässt sich als Modell einer Einheitszelle interpretieren, das einer Packungsstruktur mit zwei nächsten Nachbarn entspricht. Die Entwicklung des Modells wurde inspiriert von der von manchen Forschern angewendeten Herangehensweise, die Berechnung des Wärmetransports in einer sich regelmäßig wiederholenden Struktur von Einzelteilchen auf eine Einheitszelle zu reduzieren, die den wiederkehrenden charakteristischen Strukturaufbau komplett beinhaltet (siehe z.B. Hsu et al. (1995), Wakao und Kato (1968)). Auf eine theoretische Ausweitung des 2-Kugel-Kontakt-Modells auf kompliziertere Packungsstrukturarten wurde verzichtet, da es für die Anwendung auf eine real vorhandene Kugelpackung sehr darauf ankommt, entlang welcher Achse der betrachteten Kugelanordnung in der Einheitszelle der Wärmegradient anliegen würde, und es letztendlich nur auf eine Projektionsumrechnung hinauslaufen würde, die sich in Form eines Vorfaktors für die Wärmeleitfähigkeit k_{KK} des 2-Kugel-Kontakt-Modells beschreiben ließe. Eine derartige Anpassung durch einen Vorfaktor wird in Kapitel 6.4 für die vermessenen gesinterten Staubproben angewendet.

6 Ergebnisse zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen

Die mit den experimentellen Messungen und dem Modellierungsverfahren II letztendlich ermittelten Ergebnisse für die Wärmeleitfähigkeit der verschiedenen SiO_2 -Staubproben (siehe Tabelle 4.2) werden in diesem Kapitel in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors, der Koordinationszahl und des Sintergrades betrachtet. Der Fokus bei der Analyse der Wärmeleitfähigkeit ist auf den Anteil des Wärmetransports gerichtet, welcher durch reine Leitung über die Kontaktstellen der sich berührenden Monomere erfolgt. Bei der folgenden Auswertung werden die ungesinterten und gesinterten Proben getrennt voneinander betrachtet, da zum einen für die gesinterten Proben nur die gepresste Probenart verwendet wurde und man demnach keine Rückschlüsse auf einen allgemeinen Zusammenhang von Wärmeleitfähigkeit und Sintergrad in Abhängigkeit der für die unterschiedlichen Probenarten charakteristischen Packungsstruktur ziehen könnte. Zum anderen sollen Phänomene, die sich bei einem normalen Kugelkontakt von sich berührenden Einzelteilchen zeigen, separiert von solchen analysiert werden, bei denen die Größe der Kontaktfläche zwischen den Einzelteilchen eine Rolle spielt, um die Einflüsse jeweiliger Effekte eindeutig ihrer Quelle/Ursache zuordnen zu können.

6.1 Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors und der Koordinationszahl

In Abbildung 6.1 ist die Wärmeleitfähigkeit der unterschiedlichen ungesinterten Staubproben zusammen mit dem Wert für das reine Festkörpermateriale von $k = 1,4 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ logarithmisch gegen ihren zugehörigen Volumenfüllfaktor dargestellt. Die gefüllten Symbole Kreise und Rauten sowie die Sterne entsprechen der Wärmeleitfähigkeit durch reine Leitung für die RBD-, die gepressten und die gesiebten Staubproben. Die entsprechenden ungefüllten Symbole sowie die Kreuzsymbole für die gesiebten Staubproben kennzeichnen die Wärmeleitfähigkeitswerte mit zusätzlichem IR-Strahlungsanteil (berechnet nach Gl. 4.10 für die maximal in den Messungen aufgetretene Temperatur von 450 K). Betrachtet man nur die Werte basierend auf reiner Wärmeleitung ohne die gesiebten Staubproben, so ergibt eine Kurvenanpassung, welche in Abbildung 6.1 als durchgezogene Linie eingezeichnet ist, inklusive

des Festkörperwertes als Schnittpunkt folgenden exponentiellen Zusammenhang

$$k_L = k a_1 \exp(a_2 \phi^{a_3}) \quad (6.1)$$

mit den Werten $a_1 = 0,024 \pm 0,011$, $a_2 = 3,72 \pm 0,47$ und $a_3 = 2,38 \pm 0,78$. Die angepasste Gleichung ist darauf beschränkt, den Verlauf der gemessenen Wärmeleitfähigkeitswerte in dem Volumenfüllfaktorbereich $\phi \approx 0,15$ bis $\phi = 1$ zu beschreiben. Die gesiebten Proben müssen gesondert betrachtet werden, da sie hierarchisch aus zwei verschiedenen Strukturen aufgebaut sind, zum einen aus der porösen Struktur der Agglomerate mit ϕ_{Agg} , deren Maximalgröße durch die Maschenweite des angewendeten Siebes bestimmt wird, und zum anderen aus der porösen Struktur dieser Agglomerate, wie sie sich in dem Auffangbehälter nach dem Sieben angeordnet haben mit ϕ_{AA} . Wie schon in Kapitel 3.1.2 beschrieben, setzt sich der resultierende Volumenfüllfaktor aus dem Produkt der beiden Strukturen nach $\phi = \phi_{Agg} \cdot \phi_{AA}$ zusammen. Durch den hierarchischen Strukturaufbau findet der Wärmetransport durch reine Leitung innerhalb der Festkörpermatrix demnach gestaffelt zum einen über die Kontaktstellen der sich berührenden gesiebten Agglomerate statt, und zum anderen über die Kontaktstellen der Einzelteilchen, aus denen die Agglomerate aufgebaut sind. Da poröse Agglomerate weniger Kontaktflächen bieten als kompaktere, resultiert für die gesiebten Proben eine geringere Wärmeleitfähigkeit als für die ungesiebten, weswegen die entsprechenden Datenpunkte (Stern-Symbole in Abb. 6.1) unterhalb der Werte der gepressten und RBD-Proben liegen.

Wenn man davon ausgeht, dass die Wärmeleitfähigkeit der gesiebten Agglomerate, für den hypothetischen Fall, sie wären nicht porös sondern kompakt ($\phi_{Agg} = 1$), der gleichen gefundenen Gesetzmäßigkeit von Gleichung 6.1 gehorcht, dann lässt sich für die gesiebten Proben die Gleichung so umformulieren, dass ausgehend von dem zusammengesetzten Volumenfüllfaktor $\phi = \phi_{Agg} \cdot \phi_{AA}$ beider Strukturen bei einem hypothetischem Wert von $\phi_{Agg} = 1$ der funktionelle Zusammenhang in die Ursprungsgleichung 6.1 übergeht, mit

$$k_L = k a_1 \exp \left(a_2 \left[\phi_{Agg}^{a_3} + \phi_{Agg} \left[\left(\frac{\phi}{\phi_{Agg}} \right)^{a_3} - 1 \right] \right] \right). \quad (6.2)$$

In Abbildung 6.1 ist der funktionelle Zusammenhang zwischen dem Volumenfüllfaktor der gesiebten Proben ϕ und der Wärmeleitfähigkeit k_L der Gleichung entsprechend als gepunktete Linie dargestellt, mit dem Wert $\phi_{Agg} = 0,45$ gemäß Tabelle 3.1. Bei dem allgemeinen Volumenfüllfaktor von $\phi = 0,45$, welcher dem Fall $\phi_{AA} = 1$ entspricht, endet die gepunktete Linie auf der durchgezogenen Kurve der ungesiebten Proben. Dieser Endwert der gepunkteten Kurve für die Wärmeleitfähigkeit der gesiebten Proben verhält sich äquivalent zu dem Wert $k = 1,4 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ für den Fall $\phi = 1$ der ungesiebten Staubproben, welche keine zusätzliche innere poröse Unterstruktur besitzen.

Der Wärmetransport mit zusätzlich additivem Anteil von Wärmestrahlung, entsprechend Gleichung 4.10 als effektive Wärmeleitfähigkeit, ist in Abbildung 6.1 als graue Symbole exemplarisch für eine Temperatur von $T = 450 \text{ K}$ gezeigt, die der Maximaltemperatur aller analysierten Messungen entspricht. Vergleicht man die effektiven Wärmeleitfähigkeitswerte der unterschiedlichen Probenarten miteinander,

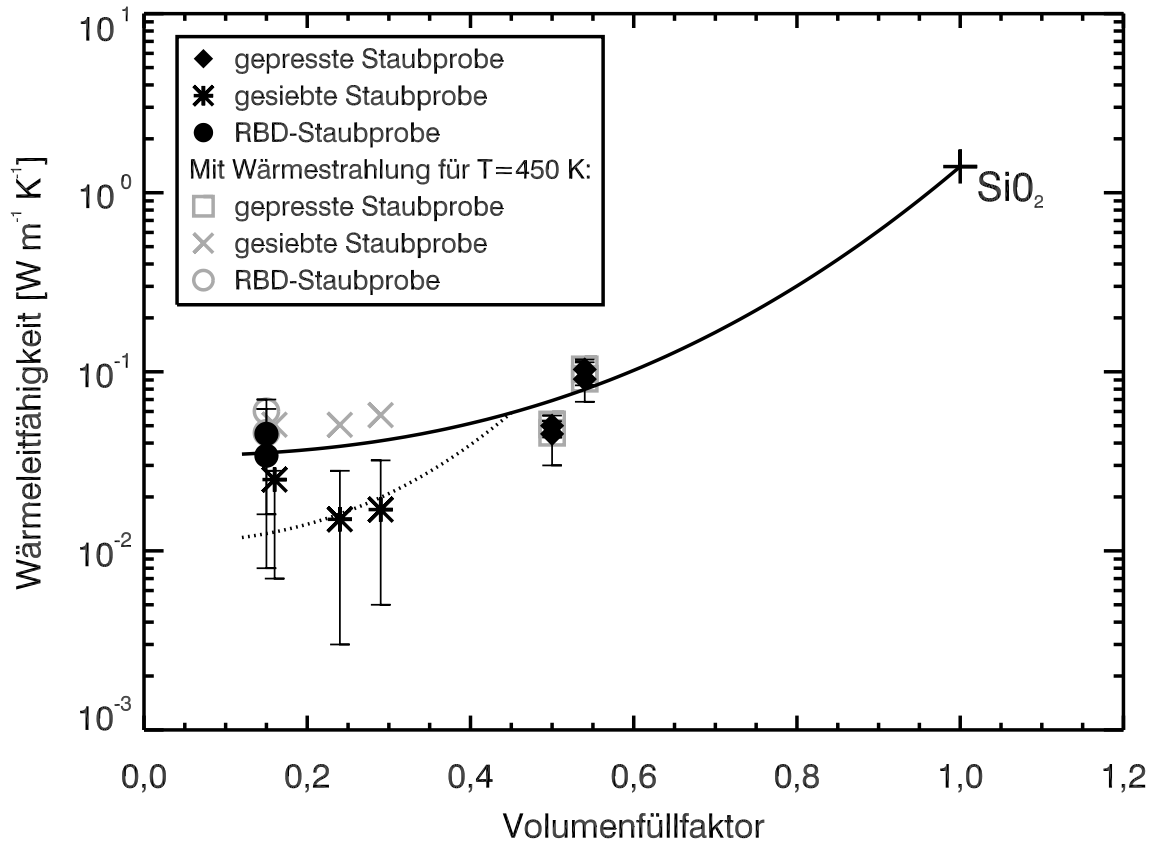


Abbildung 6.1: Ergebnisse des Modellierungsverfahrens II für die Wärmeleitfähigkeit der verschiedenen ungesinterten Staubproben zusammen mit dem Wert für das Festkörpermateriale $k = 1,4 \text{ W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors. Die angepassten Kurven (durchgezogene und gepunktete Linie) werden im Text detailliert erklärt.

so fällt auf, dass der relative Anteil der Wärmestrahlung zur gesamten bzw. effektiven Wärmeleitfähigkeit bei den gesiebten Proben höher ist als bei den gepressten oder den RBD-Proben. Dieser Effekt lässt sich mit den zusätzlichen Zwischenräumen der hierarchisch aufgebauten Doppelporosität der gesiebten Proben begründen, die bei einer Temperatur von 450 K für einen Strahlungsanteil sorgen, der um einen Faktor ~ 2 größer als der Wärmetransportanteil durch reine Leitung ist. Bei kompakteren Proben wie den gepressten und den RBD-Proben macht der Anteil der Wärmeübertragung durch Strahlung nur ein verschwindend geringen Bruchteil von $\sim 0,01$ im Verhältnis zum Leitungsanteil aus und würde diesen erst ab einer Temperatur von $\sim 2000 \text{ K}$ dominieren. Eine genauere Betrachtung der Wärmestrahlung bei den Staubproben erfolgt in einem späteren Abschnitt.

Wie im Diskussionsteil von Krause et al. (2011) auf Basis der Ergebnisse aus dem Modellierungsverfahren I schon gemutmaßt, kann auch anhand der Ergebnisse aus dem Modellierungsverfahren II, vor allem durch die prinzipiell niedrigeren Werte der Wärmeleitfähigkeit k_L der gesiebten Proben, gefolgert werden, dass der Wärmetransfer durch reine Leitung nicht eindeutig einer gewissen Porosität bzw. einem Volumenfüllfaktor zugeordnet werden kann, sondern eher von der Packungsstruktur der Proben abhängt. Da die Wärmeleitung von den Kontaktstellen der Einzelteilchen

bzw. Agglomeraten abhängt, erscheint die Verwendung der Koordinationszahl der jeweils vorliegenden Packungsstruktur zur individuellen Charakterisierung sinnvoller und soll nun genauer analysiert werden. In Tabelle 6.1 ist für typische Packungsstrukturen von gleich großen Kugeln der Volumenfüllfaktor ϕ und die Koordinationszahl Z , welche der Anzahl sich berührender Nachbarkugeln entspricht, angegeben. Die zugehörige grafische Darstellung der Werte ist in Abbildung 6.2 anhand von Kreuzen symbolisiert.

Tabelle 6.1: Volumenfüllfaktor ϕ und Koordinationszahl Z für verschiedene Packungsstrukturen von Kugeln gleicher Größe.

Struktur	ϕ	Z	Referenz
FCC (kubisch-flächenzentriert)	$\pi \sqrt{2}/6 = 0,740$	12	
BCC (kubisch-raumzentriert)	$\pi \sqrt{3}/8 = 0,680$	8	
SC (kubisch-primitiv)	$\pi/6 = 0,524$	6	
Diamant	$\pi \sqrt{3}/16 = 0,340$	4	
RCP (zufällig dichte Packung)	0,64	6	(1)
RLP (zufällig lose Packung)	0,55	4	(1)
RBD	0,15	2	(2) nur für ϕ

(1) Zamponi (2008)

(2) Blum und Schräpler (2004)

Ausgehend von der Hypothese, dass die Wärmeleitfähigkeit durch reine Leitung der Kontaktstellen der Monomere proportional zur Koordinationszahl Z der Packungsstruktur ist

$$k_L = k b Z, \quad (6.3)$$

lässt sich mit Gleichung 6.1 folgender Zusammenhang zwischen Koordinationszahl und Volumenfüllfaktor herstellen

$$Z = \frac{a_1}{b} \exp(a_2 \phi^{a_3}). \quad (6.4)$$

Durch eine Anpassung der Gleichung 6.4 an die Datenpunkte aus Tabelle 6.1, welche in Abbildung 6.2 dargestellt sind, ergibt sich für den freien Parameter der Wert $b = (12,60 \pm 0,76) \cdot 10^{-3}$.

Die ermittelte Wärmeleitfähigkeit der unterschiedlichen Staubproben ist somit in Abhängigkeit der Koordinationszahl darstellbar durch Umrechnung der Volumenfüllfaktorwerte in entsprechende Koordinationszahlwerte gemäß Gleichung 6.4, deren Ergebnis in Abbildung 6.3 zu sehen ist. Für die Umrechnung des Volumenfüllfaktors der gesiebten Proben $\phi = \phi_{Agg} \cdot \phi_{AA}$ in eine entsprechende Koordinationszahl wurde folgende Gleichung verwendet

$$Z = \frac{a_1}{b} \exp \left(a_2 \left[\phi_{Agg}^{a_3} + \phi_{Agg} \left[\left(\frac{\phi}{\phi_{Agg}} \right)^{a_3} - 1 \right] \right] \right), \quad (6.5)$$

welche sich auf analoge Weise wie für die ungesiebten Proben aus Kombination der äquivalenten Gleichung 6.2 und Gleichung 6.3 zusammensetzt. Die durchgezogene

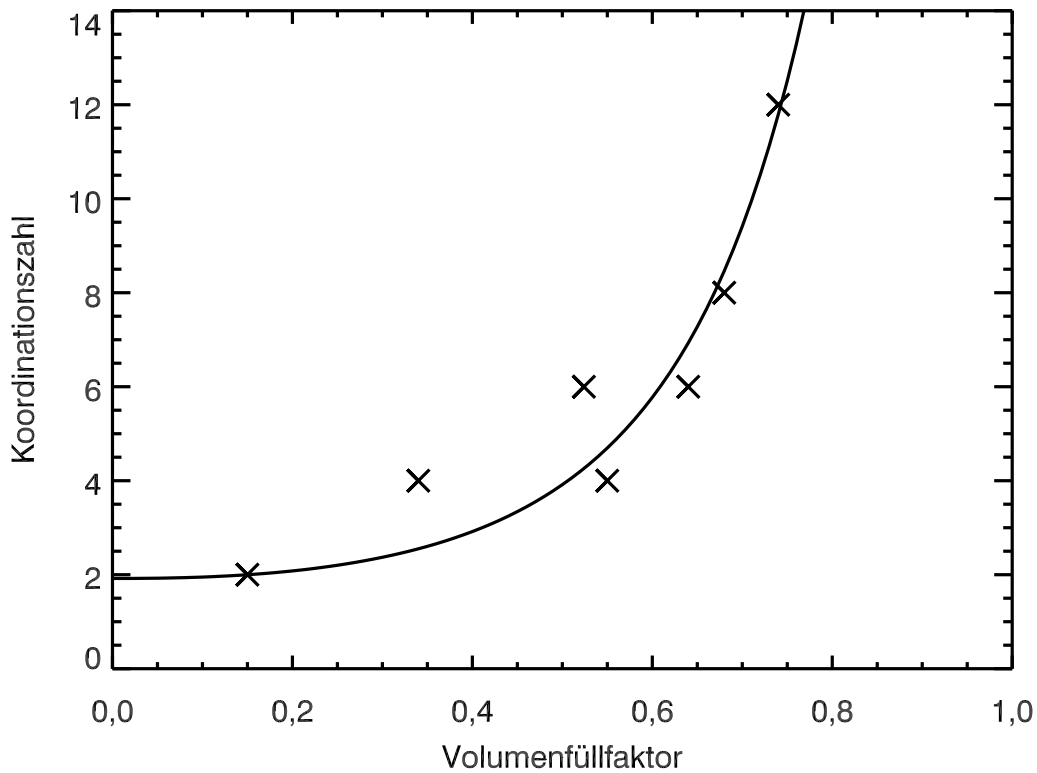


Abbildung 6.2: Koordinationszahl in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors für die in Tabelle 6.1 angegebenen Kugelpackungen. Die angepasste, als durchgezogene Linie dargestellte Kurve entspricht Gleichung 6.4.

Linie in Abbildung 6.3 gibt den allgemeinen Zusammenhang von Wärmeleitfähigkeit und Koordinationszahl nach Gleichung 6.3 wieder. Schätzt man die Unsicherheit für die Umrechnung von Volumenfüllfaktor zu Koordinationszahl großzügig mit (± 1) Koordinationszahl ab, so ergeben sich mit den Unsicherheiten für die Wärmeleitfähigkeit aus Tabelle 4.2 die eingezeichneten Fehlerbalken.

Da der Anteil des Wärmetransfers durch Strahlung, wie schon weiter oben abgeschätzt wurde, bei den gesiebten Proben wesentlich höher als bei den anderen Probenarten ist, soll die ermittelte effektive Strahlungslänge l ebenfalls in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors ϕ genauer betrachtet werden. In der oberen Grafik von Abbildung 6.4 ist keine eindeutige Gesetzmäßigkeit zwischen der effektiven Strahlungslänge und dem Volumenfüllfaktor zu erkennen, da die gesiebten Proben trotz ihrer resultierenden Porositätswerte, zusammengesetzt aus der Porosität der Siebaggregate und der Porosität dieser als Probengefüge, zwischen den Werten der RBD- und der gepressten Proben liegen, verhältnismäßig größere effektive Strahlungslängen aufweisen. Wenn jedoch die effektive Strahlungslänge l nicht gegen den Volumenfüllfaktor, sondern die mithilfe von Gleichung 6.4 umgerechnete Koordinationszahl Z der Staubproben aufgetragen wird (siehe untere Abbildung 6.4), so lässt sich an den deutlich erkennbaren linearen Verlauf der Datenpunkte (bei logarithmi-

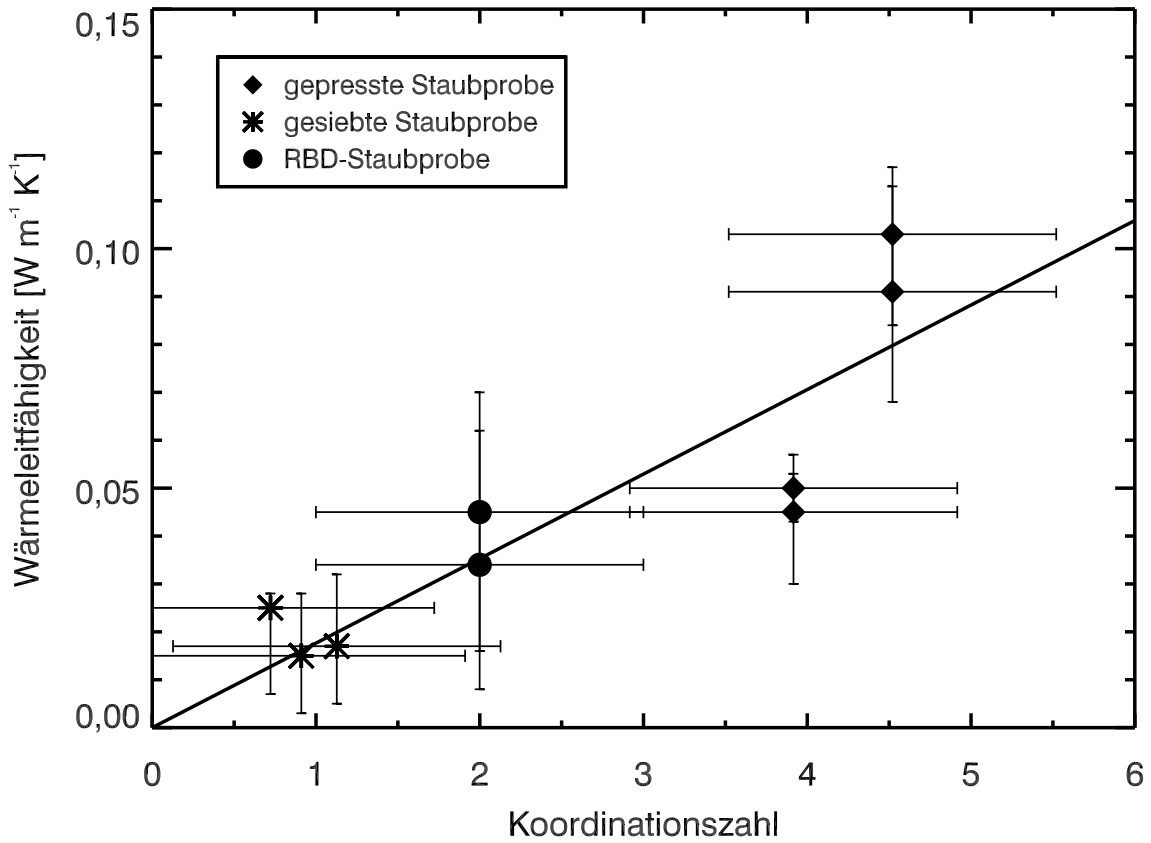


Abbildung 6.3: Wärmeleitfähigkeit der drei Staubprobenarten in Abhängigkeit der Koordinationszahl der Einzelteilchen, aus denen die Proben aufgebaut sind. Die durchgezogene Linie entspricht Gleichung 6.3.

schen y-Werten) näherungsweise folgende Gleichung anpassen

$$l = c_1 \exp(c_2 Z), \quad (6.6)$$

die in der Abbildung als gestrichelte Linie eingezeichnet ist mit den Werten $c_1 = (4,0 \pm 2,1) \text{ mm}$ und $c_2 = -(1,25 \pm 0,25)$. Bis auf die Werte der effektiven Strahlungslänge der RBD-Proben, die sowohl oberhalb als auch unterhalb der angepassten Kurve liegen, gibt die Trendlinie innerhalb der Unsicherheitsbereiche für die Koordinationszahl den Sachverhalt von abnehmender effektiver Strahlungslänge mit zunehmender Koordinationszahl sehr gut wieder.

Neben der vorherigen Betrachtung der Wärmeleitfähigkeit sowohl in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors als auch der Koordinationszahl, lässt auch die Analyse der effektiven Strahlungslänge den Schluss zu, dass die Koordinationszahl als Repräsentant der Packungsstruktur der unterschiedlichen Probenarten bezüglich der Wärmestrahlung als auch der Wärmeleitung besser geeignet ist als der Volumenfüllfaktor, der in seinen Werten nicht eindeutig den einzelnen Staubprobenarten zuzuordnen ist.

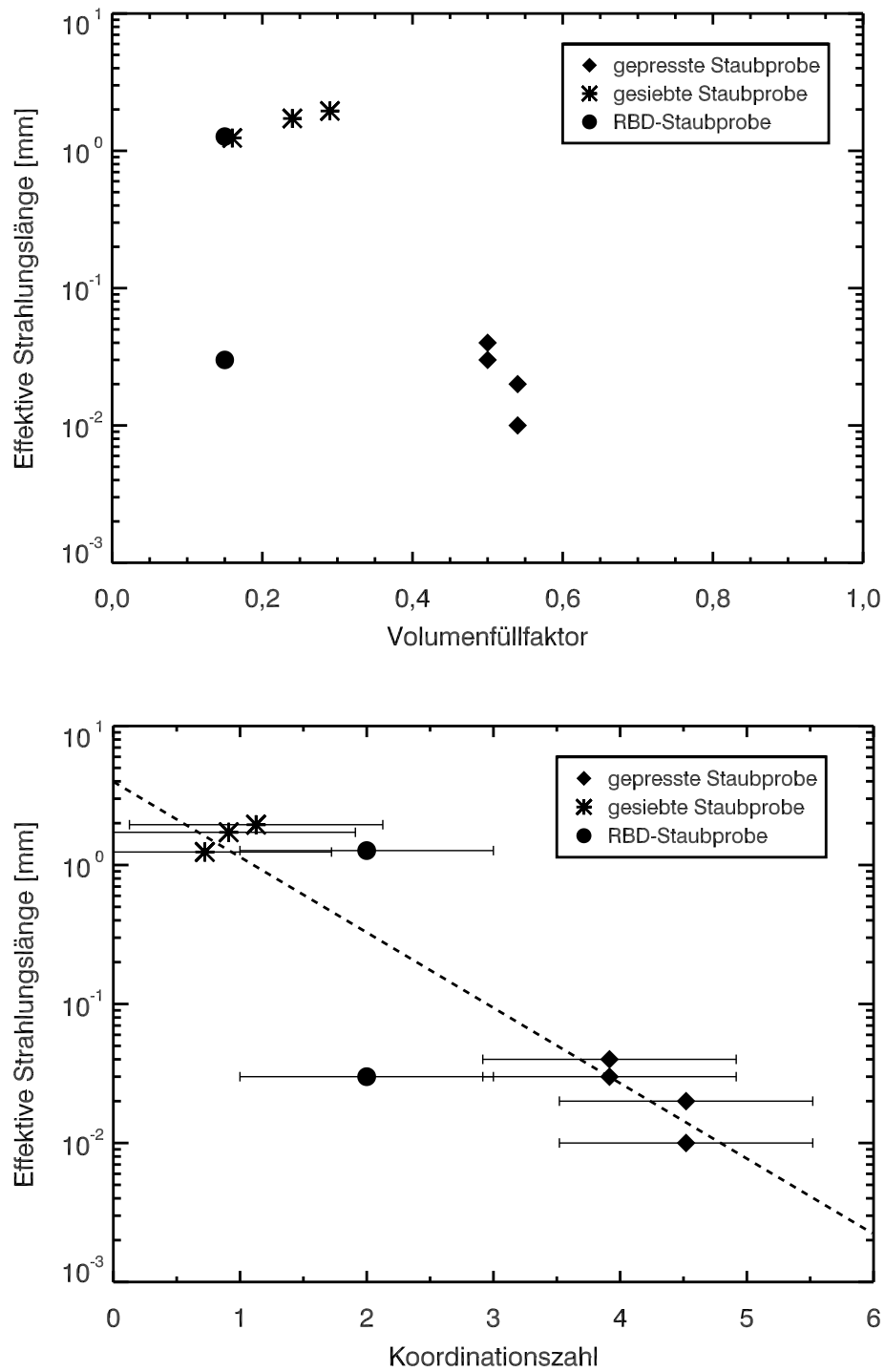


Abbildung 6.4: Effektive Strahlungslänge l in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors ϕ (obere Grafik) und in Abhängigkeit der Koordinationszahl Z (untere Grafik) mit angepasster Gleichung 6.6 als gestrichelte Linie dargestellt.

6.2 Albedo der Staubproben

Als kleiner thematischer Exkurs wird an dieser Stelle eine genauere Betrachtung der aus dem Modellierungsverfahren II resultierenden Albedowerte für die verschiedenen Staubproben eingefügt. Diese Analyse hat zwar nicht direkt mit der Wärmeleitfähigkeit zu tun, jedoch passt sie zu der schon in den vorigen Abschnitten gemachten Erkenntnis, dass im Fall der vorliegenden porösen Proben die Darstellung einer gewissen physikalischen Größe in Abhängigkeit der Koordinationszahl besser zur Beschreibung der physikalisch wirkenden Anordnung der Einzelteilchen innerhalb der Probenstruktur geeignet ist als der Volumenfüllfaktor. In Abbildung 6.5 ist die mit dem Modellierungsverfahren II ermittelte Albedo $a(\lambda_{\text{Laser}})$ der verschiedenen Staubproben (siehe Tabelle 4.2) bzw. in der Form $(1 - a)$ als nicht-reflektierter Anteil der Laserstrahlung, der in die Probe eindringt, sowohl in der oberen Grafik logarithmisch gegen den Volumenfüllfaktor als auch in der unteren Grafik gegen die Koordinationszahl der Staubproben aufgetragen. Ähnlich wie bei der Betrachtung der effektiven Strahlungslänge lässt sich eher in der Darstellung der Albedo in Abhängigkeit der Koordinationszahl ein systematischer Trend erkennen, der sich näherungsweise mit der Gesetzmäßigkeit

$$\begin{aligned} a &= 1 - d_1 \exp(d_2 Z) \\ (1 - a) &= d_1 \exp(d_2 Z) \end{aligned} \tag{6.7}$$

beschreiben lässt. Die angepasste Kurve gemäß Gleichung 6.7 mit den Parametern $d_1 = 0,411 \pm 0,036$ und $d_2 = -(0,885 \pm 0,083)$ ist als gestrichelte Linie in der unteren Abbildung 6.5 eingezeichnet und liegt gleichmäßig mittig innerhalb der Unsicherheitsbereiche für die jeweiligen Werte der Koordinationszahl.

6.3 Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Partikelgröße

Wenn man den Prozess der reinen Wärmeleitung für die in dieser Arbeit behandelten porösen Proben betrachtet, bei dem die Wärme zwischen den Einzelteilchen, aus denen die Probe aufgebaut ist, nur über deren Kontaktflächen übertragen wird, liegt die Vermutung nahe, dass die Wärmeleitfähigkeit abhängig von der Kontaktfläche ist bzw. mit einer Normierung von dem Verhältnis aus Kontaktfläche zu Partikelquerschnittsfläche und somit für kugelförmige Einzelpartikel mit Radius R und dem Kontaktflächenradius r_K gemäß $k_L \sim (r_K/R)^2$. Chan und Tien (1973) gehen von einem direkten Zusammenhang zwischen Wärmeleitung und dem Verhältnis von Kontaktradius zu Partikelradius (r_K/R) aus und nicht von einer Flächenabhängigkeit. Da die in der genannten Publikation gemachte Schlussfolgerung jedoch rein auf theoretischen Abschätzungen beruht und nicht auf realen Messergebnissen, soll anhand der in dieser Arbeit durchgeführten Messungen eine eigene Abschätzung erfolgen. Da diese Arbeit allerdings nur Wärmeleitfähigkeitsmessungen von Staubproben mit gleicher Monomergroße beinhaltet, wurden zusätzlich Messergebnisse von Gundlach und Blum (2012) bezüglich Staubproben mit variiertem Monomergroße verwendet. In Gundlach

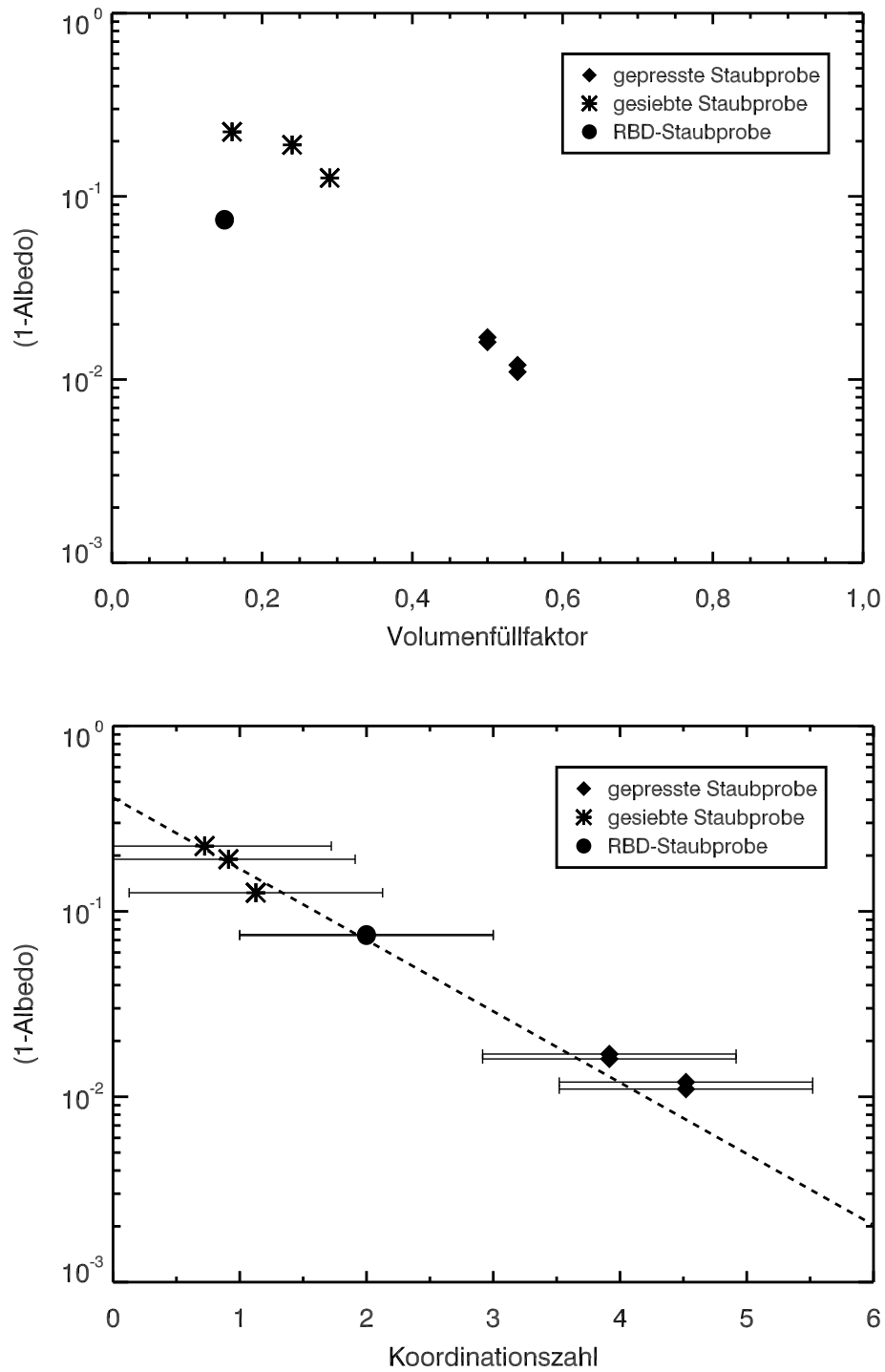


Abbildung 6.5: In die Staubproben eindringender Anteil der Laserstrahlung formuliert als $(1 - a)$ mit der Albedo $a(\lambda_{\text{Laser}})$ in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors ϕ (**obere Grafik**) und in Abhängigkeit der Koordinationszahl Z (**untere Grafik**) mit angepasster Gleichung 6.6 als gestrichelte Linie dargestellt.

und Blum (2012) wurde die Wärmeleitfähigkeit von Proben gebildet aus der gleichen Art von SiO_2 -Kugeln (allerdings in schwarz) für die Entwicklung eines Modells zur Kometenaktivität bestimmt. Die entsprechenden Messwerte der Wärmeleitfähigkeit inklusive Unsicherheiten stammen direkt von Bastian Gundlach und die Werte für die unterschiedlichen Durchmesser der Einzelteilchen $\sim \{40; 177; 371; 507; 925\} \mu\text{m}$ und Volumenfüllfaktoren $\sim \{0,670; 0,634; 0,688; 0,685; 0,688\}$ wurden Tabelle 1 der Publikation entnommen. Die Kontaktradien r_K der jeweils unterschiedlich großen Monomerkugeln wurden nach der JKR-Theorie, die in Kapitel 3.3 erwähnt und verwendet wurde, mit Gleichung 3.5 berechnet. Um die Wärmeleitfähigkeit gleichzeitig sowohl in Abhängigkeit von (r_K/R) bzw. $(r_K/R)^2$ als auch von dem Volumenfüllfaktor betrachten zu können, aber beide Abhängigkeitsparameter getrennt zu halten, wurde für Abbildung 6.6 die Wärmeleitfähigkeit multipliziert mit den reziproken Radienverhältnissen gegen den Volumenfüllfaktor der Staubproben aufgetragen. Basierend auf dem bisher gefundenen Zusammenhang zwischen Wärmeleitfähigkeit und Volumenfüllfaktor von Gleichung 6.1 lässt sich die Abhängigkeit von (r_K/R) bzw. $(r_K/R)^2$ jeweils folgendermaßen inkorporieren

$$k_L = k a_{1;1a} \left(\frac{r_K}{R} \right) \exp(a_2 \phi^{a_3}) \quad (6.8)$$

$$k_L = k a_{1;1b} \left(\frac{r_K}{R} \right)^2 \exp(a_2 \phi^{a_3}) \quad (6.9)$$

mit den resultierend geänderten Vorfaktoren $a_{1;1a} = 1,63 \pm 0,77$ und $a_{1;1b} = 110 \pm 52$. Die obere Gleichung 6.8 wird in Abbildung 6.6 in der oberen Grafik und die untere Gleichung 6.9 in der unteren Grafik durch die durchgezogene Kurvenlinie repräsentiert. Vergleicht man die Lage der Daten aus Gundlach und Blum (2012) in Bezug zu den Kurven in beiden Grafiken miteinander, so kann man feststellen, dass die Kurve für die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von dem Verhältnis aus Kontaktfläche zu Partikelquerschnittsfläche (Gl. 6.9) den Werteverlauf der Messwerte besser wiedergibt. Dabei ist zu beachten, dass bei den Wärmeleitfähigkeitswerten aus Gundlach und Blum (2012) keine Trennung der am Wärmetransport beteiligten Prozesse von Leitung und Strahlung vorliegt, so dass die reinen, der Wärmeleitung zugehörigen Werte etwas geringer ausfallen würden, ähnlich dem abgeschätzten Verhältnis aus Kapitel 6.1 bezüglich der nicht gesiebten Proben dieser Arbeit.

Formuliert man die Partikelradiusabhängigkeit des Kontaktradius nach der JKR-Theorie aus, so ergibt sich mit $r_K \sim R^{2/3}$ die Folgerung, dass die Wärmeleitfähigkeit eher proportional zu $R^{-2/3}$ als zu $R^{-1/3}$ ist. Diese Folgerung lässt sich durch eine andere Art der Darstellung besser hervorheben. Wählt man statt des Volumenfüllfaktors die Koordinationszahl nach Gleichung 6.3 als definierenden Parameter der Wärmeleitfähigkeit, dann ergeben sich die Zusammenhänge der Gleichungen 6.8 und 6.9 zu

$$k_L = k a_{1;2a} \left(\frac{r_K}{R} \right) Z \quad (6.10)$$

$$k_L = k a_{1;2b} \left(\frac{r_K}{R} \right)^2 Z \quad (6.11)$$

mit folgerichtig umgerechneten Vorfaktoren $a_{1;2a} = 0,850 \pm 0,051$ und $a_{1;2b} = 57,4 \pm 3,4$. Ersetzt man den Kontaktradius r_K mithilfe von Gleichung 3.5 und den in Ka-

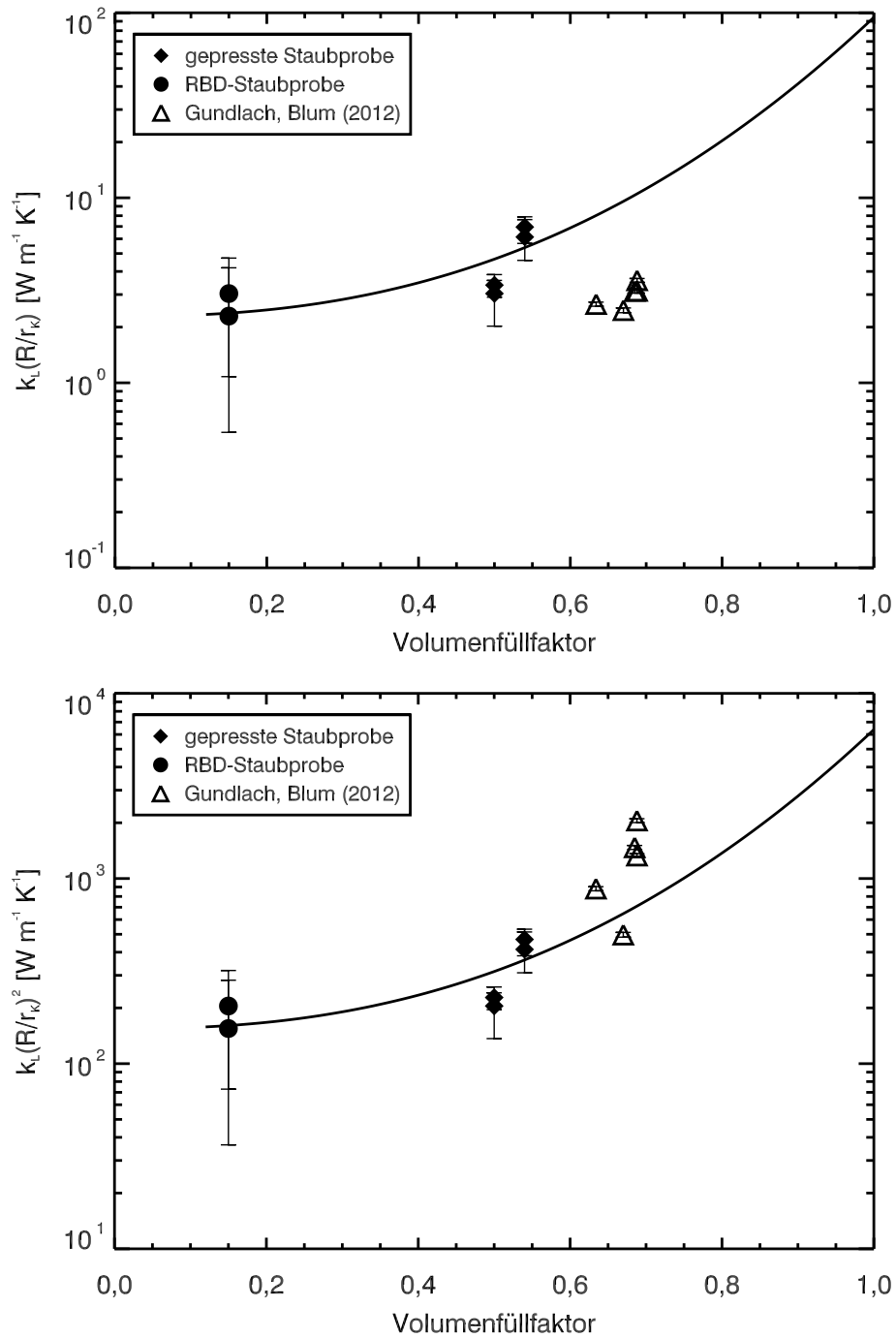


Abbildung 6.6: Wärmeleitfähigkeit k_L multipliziert mit dem einfachen (**obere Grafik**) und dem quadrierten (**untere Grafik**) Radienverhältnis von Einzelteilchen zu Kontaktfläche in Abhängigkeit des Volumenfüllfaktors für die gepressten und RBD-Staubproben aus dieser Arbeit sowie für SiO_2 -Proben gebildet aus monodispersen Kugeln unterschiedlicher Größe aus Messungen von Gundlach und Blum (2012). Die als durchgezogene Linien gezeigten Kurven entsprechen den Gleichungen 6.8 (obere Grafik) und 6.9 (untere Grafik).

pitel 3.3 verwendeten physikalischen Größen durch eine reine Abhängigkeit vom Monomerradius, lassen sich die beiden letzten Gleichungen angeben zu

$$k_L = k a_{1;3a} R^{-1/3} Z \quad (6.12)$$

$$k_L = k a_{1;3b} R^{-2/3} Z \quad (6.13)$$

mit den umgerechneten Vorfaktoren $a_{1;3a} = (1,145 \pm 0,069) \cdot 10^{-4} \text{ m}^{1/3}$ und $a_{1;3b} = (1,040 \pm 0,063) \cdot 10^{-6} \text{ m}^{2/3}$. Um die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit k_L von dem Monomerradius R und der Koordinationszahl Z zu trennen, wurde für Abbildung 6.7 die Wärmeleitfähigkeit durch die Koordinationszahl dividiert und gegen den Radius der Einzelteilchen aufgetragen. Die zusätzlich abgebildete gestrichelte Linie entspricht Gleichung 6.12 und zeigt aufgrund der doppeltlogarithmischen Darstellung dem Exponenten von R entsprechend eine Geradensteigung von $-1/3$, wohingegen Gleichung 6.13 als durchgezogene Linie symbolisiert, eine Geradensteigung von $-2/3$ aufweist. Betrachtet man nur die Messwerte aus Gundlach und Blum (2012), die als Dreiecke gekennzeichnet sind, dann ließe sich an diese Werte durchaus eine Geradensteigung von $-1/3$ anpassen. Zusammen mit den Messergebnissen aus dieser Arbeit jedoch ergibt sich erst durch die Geradensteigung von $-2/3$, die stellvertretend das Verhältnis von Kontaktfläche zu Partikelquerschnittsfläche nach Gleichung 6.11 repräsentiert, ein für beide Datensätze gemeinsamer gültiger Zusammenhang.

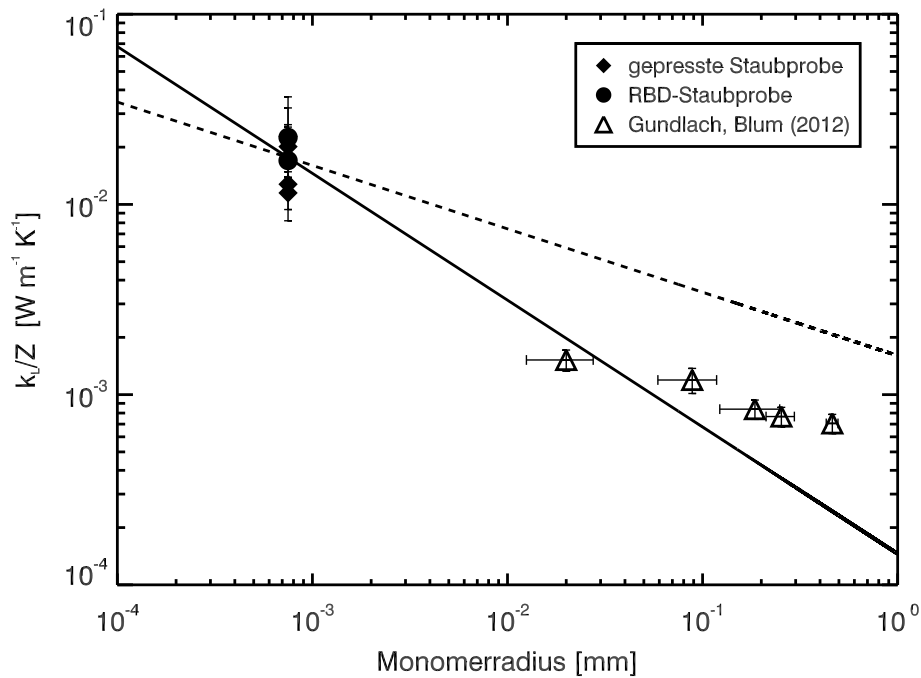


Abbildung 6.7: Wärmeleitfähigkeit k_L dividiert durch die Koordinationszahl Z der Staubproben in Abhängigkeit des Monomerradius R für die gepressten und RBD-Staubproben aus dieser Arbeit sowie für SiO_2 -Proben gebildet aus monodispersen Kugeln unterschiedlicher Größe aus Messungen von Gundlach und Blum (2012). Die gestrichelte Linie entspricht Gleichung 6.12 und die durchgezogene Linie Gleichung 6.13.

6.4 Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Sintergrades

Wie in Kapitel 2.3 eingeführt wurde, lässt sich der Sintergrad zur Beschreibung des temperaturabhängigen Stadiums des Sinterprozesses von einem aus gleich großen Kugeln bestehenden Mediums durch das Verhältnis aus Sinterhalsradius, bzw. allgemein als Kontaktradius r_K bezeichnet, und Partikelradius R angeben. Von dem durch Pressen hergestellten Staubprobentyp wurden gesinterte Proben für die drei Heiztemperaturen $T_1 = 1050^\circ\text{C} \approx 1323\text{ K}$, $T_2 = 1100^\circ\text{C} \approx 1373\text{ K}$ und $T_3 = 1150^\circ\text{C} \approx 1423\text{ K}$ hergestellt (siehe Kapitel 3.1.2) und deren Wärmeleitfähigkeit wie für die anderen Proben dieser Arbeit ermittelt (siehe Tabelle 3.2 für die Probenparameter und Tabelle 4.2 für die Modellierungsergebnisse). In Abbildung 6.8 sind die Ergebnisse für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit k_L in Abhängigkeit des Sintergrades als Verhältnis r_K/R und zugehörigen Messunsicherheiten grafisch dargestellt, wobei für die Daten der gesinterten Proben Kreuzsymbole und für die Daten der ungesinterten Proben Kreissymbole verwendet wurden. Die angegebenen Verhältnisswerte von Kontaktradius zu Partikelradius stammen für die gesinterten Proben aus der in Kapitel 3.3 präsentierten Vermessung der REM-Bilder und die der ungesinterten aus Berechnungen nach der JKR-Theorie mit Gleichung 3.5. Die Anwendung der JKR-Theorie zur Berechnung des Verhältnisses von Kontaktradius zu Partikelradius ist nur geeignet für die Proben im ungesinterten Zustand, aber nicht für die gesinterten Proben, da die Größe des beim Sintern ausgebildeten Sinterhalses von anderen physikalischen Prozessen beeinflusst wird, welche nicht Gegenstand der Gleichung von Johnson et al. (1971) für den Kontaktradius sich berührender Kugeln sind. Die Zunahme der Wärmeleitfähigkeit mit steigendem Sintergrad lässt sich aber durch das in Kapitel 5 vorgestellte 2-Kugel-Kontakt-Modell für die Wärmeleitfähigkeit k_{KK} eines sich berührenden Kugelpaares unter Einfluss des Sinterns mithilfe eines angepassten Vorfaktors f_C für Gleichung 5.14 gemäß

$$\begin{aligned} k_L &= f_C \cdot k_{KK} \\ &= f_C \cdot 2k \sqrt{1 - \left(\frac{r_K}{R}\right)^2} \left(\ln \frac{1 + \sqrt{1 - (r_K/R)^2}}{1 - \sqrt{1 - (r_K/R)^2}} \right)^{-1} \end{aligned} \quad (6.14)$$

beschreiben und ist als durchgezogene Linie in Abbildung 6.8 eingezeichnet. Der angepasste Vorfaktor für die Messwerte der ungesinterten und gesinterten gepressten Proben hat einen Wert von $f_C = 0,169 \pm 0,017$ und sorgt dafür, dass die Modellkurve innerhalb der für kleine Kontaktradius-zu-Partikelradius-Verhältnisswerte relativ stark streuenden Wärmeleitfähigkeitswerte und den zugehörigen Messunsicherheiten liegt und demnach insgesamt den Verlauf der Daten sehr gut wiedergibt.

Ein separater qualitativer Vergleich anderer mit dem Modellierungsverfahren II ermittelter Parameterwerte für die gepressten Proben im ungesinterten und gesinterten Zustand zeigt, dass mit zunehmendem Sintergrad die Eindringtiefe des Lasers geringfügig kleiner wird und die effektive Strahlungslänge merkwürdigerweise von vornherein um einen Faktor ~ 5 größer ist als die der ungesinterten Proben (wird in Kapitel 7.3 noch diskutiert) und mit zunehmendem Sintergrad geringfügig abnimmt.

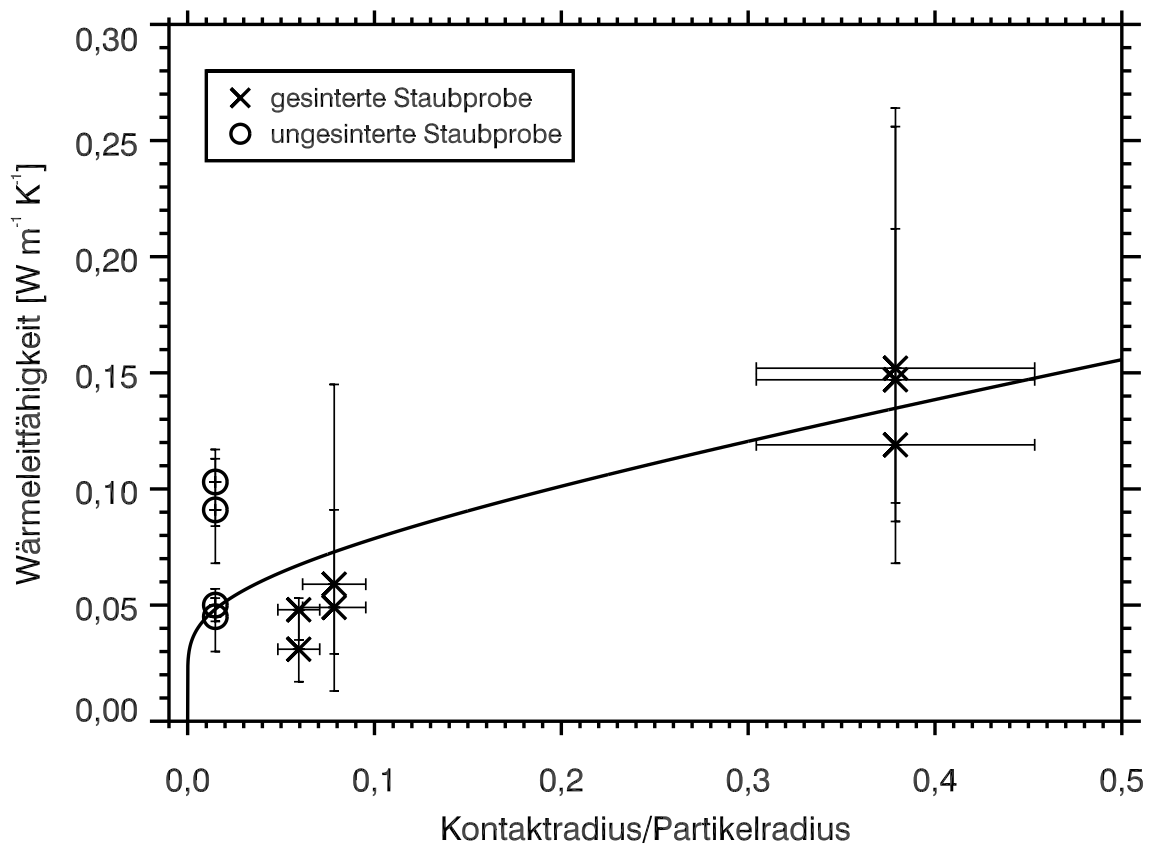


Abbildung 6.8: Wärmeleitfähigkeit k_L der ungesinterten und gesinterten gepressten Staubproben in Abhängigkeit des Verhältnisses von Kontaktradius r_K zu Partikelradius R als Maß für den Sintergrad. Die durchgezogene Linie entspricht Gleichung 6.14.

7 Diskussion zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Planetesimalen

Um die Wärmeleitfähigkeit von porösen ungesinterten und gesinterten SiO_2 -Staubproben, die aus monodispersen Kugeln mit einem Durchmesser von $1,5\,\mu\text{m}$ aufgebaut sind, als Planetesimal-Analogkörper zu bestimmen, wurde in dieser Arbeit ein berührungsloses Messverfahren angewendet, das sich aus einer Kombination von experimentellen Messungen und numerischen Modellierungen zusammensetzt. Dieses indirekte Messprinzip hat zwar den Nachteil, dass es sich um kein schnelles und direktes Messverfahren handelt, hat aber den Vorteil, durch das bei der Modellierung zugrundeliegende thermophysikalische Modell die am Wärmetransfer insgesamt beteiligten Prozesse von Wärmeleitung und Wärmestrahlung voneinander getrennt ermitteln zu können. In den folgenden Abschnitten werden die im vorherigen Kapitel analysierten Abhängigkeiten der Wärmeleitfähigkeit einzeln diskutiert, miteinander verknüpft sowie mit ähnlichen Messungen von Sakatani et al. (2017) verglichen.

7.1 Wärmeleitung

Für die drei unterschiedlichen Staubprobentypen, welche durch Pressen, Sieben und die RBD-Methode hergestellt wurden, ergeben sich für den Wärmetransferanteil durch reine Leitung über die Festkörpermatrix der Proben Werte im Bereich von $0,02\,\text{W m}^{-1}\,\text{K}^{-1}$ bis $0,1\,\text{W m}^{-1}\,\text{K}^{-1}$ für entsprechende Volumenfüllfaktoren im Bereich 0,15 bis 0,54. Für die funktionelle Abhängigkeit des Wärmeleitungsanteils von dem Volumenfüllfaktor konnte ein exponentieller Zusammenhang mit dem Volumenfüllfaktor zur Potenz von $\sim 2,4$ für die gepressten und mit der RBD-Methode hergestellten Staubproben ermittelt werden, der für die hierarchisch aufgebaute Doppelporosität der gesiebten Proben ebenfalls hierarchisch exponentiell angepasst werden konnte. Die Tatsache, dass sich der aus dem Volumenfüllfaktor der gesiebten Aggregate und dem Volumenfüllfaktor der daraus gebildeten zylinderförmigen Probe insgesamt resultierende Volumenfüllfaktorwert der gesiebten Proben zwischen den Werten der RBD-Proben mit den niedrigsten und den gepressten Proben mit den höchsten Volumenfüllfaktorwerten liegt, aber trotzdem im Vergleich aller Proben die insgesamt kleinsten Wärmeleitfähigkeitswerte aufweist, zeigt, wie wenig eindeutig der Volumenfüllfaktor als Maß zur Beschreibung der unterschiedlichen Packungsstrukturen bezüglich der Wärmeleitfähigkeit geeignet ist. Der gerade geschilderte Sachverhalt

konnte in der Publikation von Krause et al. (2011) mit den Ergebnissen des Modellierungsverfahrens I nicht anhand der damaligen Messdaten erkannt werden, wurde allerdings im Diskussionsteil als wichtiger Aspekt angesprochen und in Form einer Prinzipskizze erklärt. Diese Skizze entspricht Abbildung 7.1, in welcher der zeitlich fortschreitende Wärmetransport entlang der Skizzenzeilen vergleichend für die drei unterschiedlichen Staubprobenarten schematisch illustriert ist. Aus dieser Darstellung wird ersichtlich, dass der Transport der Wärme über die Kontaktstellen der Einzelpartikel bei den gepressten Proben am effektivsten und am wenigsten effektiv bei den gesiebten Proben ist, da die Weiterleitung der Wärme von einem Siebaggregat zum nächsten erst erfolgen kann, wenn die im Siebaggregat vorhandene poröse Unterstruktur überquert wurde. Damals wurde in Krause et al. (2011) als Alternative zum Volumenfüllfaktor für die Charakterisierung der speziellen Packungsstruktur der Staubprobenarten die Koordinationszahl vorgeschlagen und darauf folgend für die Ergebnisse des Modellierungsverfahrens II die Abhängigkeit der Koordinationszahl von dem Volumenfüllfaktor allgemein für typische Kugelpackungen untersucht. An die verwendeten Daten ließ sich mit einem Faktor die gleiche Exponentialfunktion anpassen, wie sie für den Zusammenhang von Wärmeleitung zu Volumenfüllfaktor bislang gefunden wurde, woraus sich eine direkte Proportionalität der Wärmeleitfähigkeit durch Leitung von der Koordinationszahl ergibt, die für alle drei Probenarten gleichermaßen gültig ist. Bei genauer Betrachtung der resultierenden Werte für die Koordinationszahl der gesiebten Proben liegt die Frage nahe, ob eine Koordinationszahl von ~ 1 physikalisch sinnvoll sein kann. Dieser Wert kann jedoch als effektiver Wert interpretiert werden, der den im Mittel wirkenden Wärmeleitungsprozess innerhalb der komplex gestaffelt aufgebauten Packungsstruktur der gesamten gesiebten Probe repräsentiert.

Bei der Analyse der Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Monomergröße, deren Variation nicht Teil dieser Arbeit war, konnte unter Zuhilfenahme von entsprechend ergänzenden Messdaten von Gundlach und Blum (2012) ein proportionaler Zusammenhang der Wärmeleitung zu dem Verhältnis aus Kontaktfläche zu Partikelquerschnittsfläche gefunden werden. Bisherige theoretische Abschätzungen gingen diesbezüglich von einer Proportionalität zu dem Verhältnis aus Kontaktradius zu Partikelradius aus. Nur auf den Partikelgrößenbereich $\sim (50 - 900) \mu\text{m}$ der Daten von Gundlach und Blum (2012) bezogen, die zusätzlich noch den Strahlungsanteil des Wärmetransports enthalten, wäre diese Abhängigkeit durchaus zu erkennen, nicht jedoch bei Ausdehnung des betrachteten Partikelgrößenbereichs auf den wesentlich kleineren Wert von $1,5 \mu\text{m}$ der Daten dieser Arbeit.

Letztendlich lassen sich die bisher genannten Erkenntnisse der in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen bezüglich des Volumenfüllfaktors, der Koordinationszahl und der Partikelgröße, die den Anteil des Wärmetransports durch Leitung in porösen aus monodispersen Kugeln zusammengesetzten Proben definieren, durch die einfache Gleichung 6.11 wiedergeben

$$k_L = k a_{1;2b} \left(\frac{r_K}{R} \right)^2 Z,$$

in der die Wärmeleitfähigkeit des Festkörpermaterials k , das Flächenverhältnis von Kontaktfläche zu Partikelquerschnittsfläche $(r_K/R)^2$ und die Koordinationszahl Z der

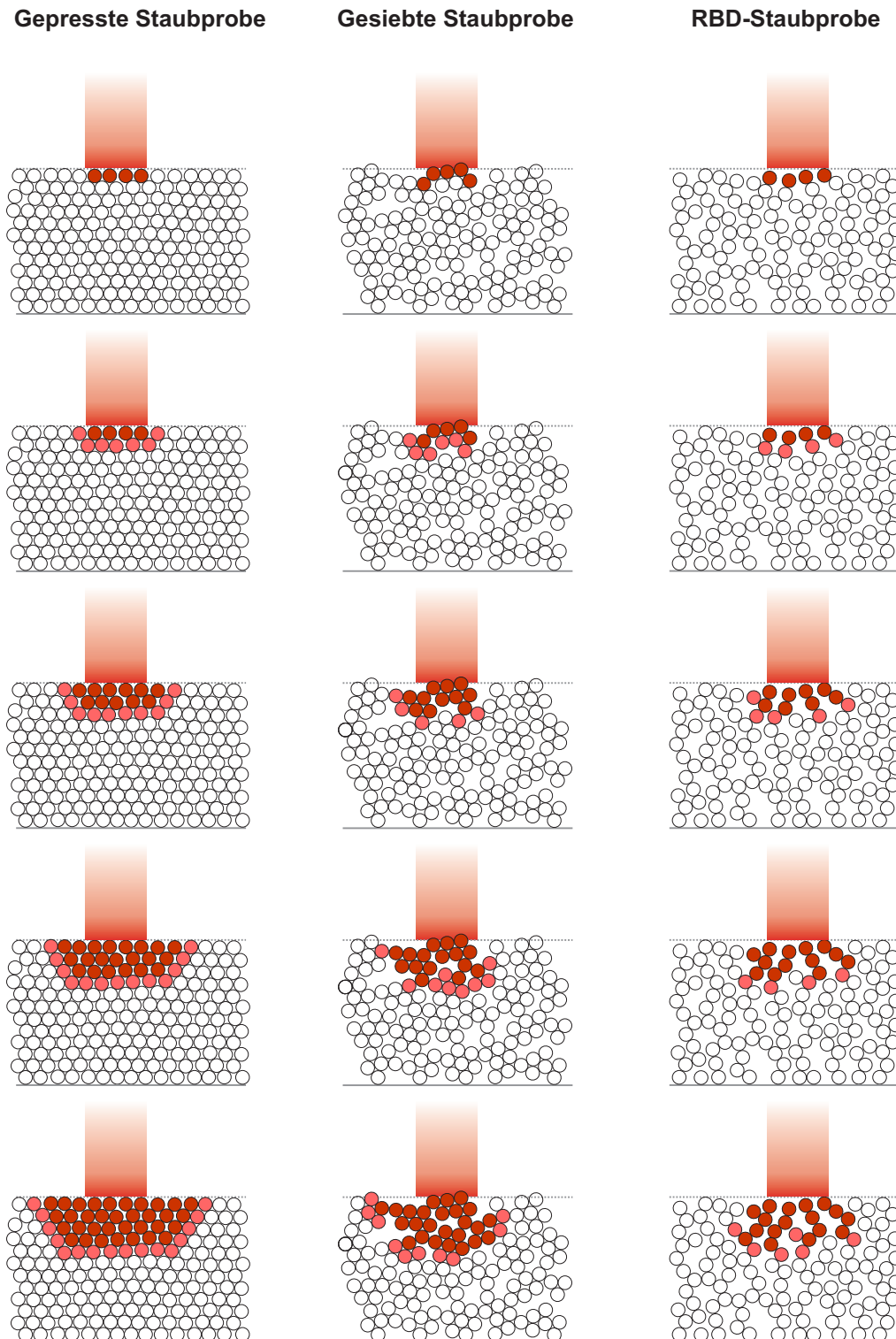


Abbildung 7.1: Skizze zum Prinzip der schrittweisen Wärmeausbreitung durch Leitung über die Kontakte der kugelförmigen Einzelteilchen in den drei unterschiedlichen Staubproben. Die zeitliche Entwicklung ist von oben nach unten dargestellt und die drei Spalten entsprechen von links nach rechts einer gepressten, gesiebten und RBD-Probe. (Nach Krause et al. (2011))

Packungsstruktur eingeht. Dieser funktionelle Zusammenhang repräsentiert direkt die intuitive Vorstellung, dass der Wärmetransfer von einem Einzelteilchen zum nächsten davon abhängt, wie viele Nachbarn vorhanden sind, und wie groß der Bereich der Wärmeübertragung, als Kontaktfläche der sich berührenden Teilchen, ist.

7.2 Wärmestrahlung

Die Analyse des Strahlungsanteils des Wärmetransfers in Form der effektiven Strahlungslänge ergibt in Abhängigkeit der porösen Staubprobenstruktur als Koordinationszahl eine exponentielle Abnahme, wobei die höchsten Werte für die gesiebten Proben aufgrund der porösen Doppelstruktur gefunden wurden. Die mit der Modellierung erzielten Werte für die effektive Strahlungslänge lassen sich nicht direkt als mittlere freie Weglänge der Photonen interpretieren, da sie schon für die kompaktesten Proben eine Größenordnung über der Partikelgröße liegen und unklar ist, welche zusätzlichen Parameter tatsächlich in diese Größe einfließen. Wie in Kapitel 2.2 erwähnt, existieren dazu viele unterschiedliche Theorien. Aus der Übersicht von van Antwerpen et al. (2010) sowie den Messergebnissen von z. B. Sakatani et al. (2017) geht hervor, dass ein proportionaler Zusammenhang zwischen der Wärmestrahlung und der Partikelgröße existiert. Da die Größe der Monomere im Rahmen dieser Arbeit nicht variiert wurde, kann darüber keine Aussage getroffen werden. Somit können die in dieser Arbeit ermittelten Werte für die effektive Strahlungslänge zur Bestimmung des Wärmestrahlungsanteils am gesamten Wärmetransfer mithilfe der Gleichung 4.10 nur angewendet werden für Fälle mit gleichen Konditionen bezüglich des Materials und der Partikelgröße. Allgemein kann geschlussfolgert werden, dass die Wärmestrahlung in einem porösen Medium den Wärmetransferanteil durch Leitung dominieren kann, wenn viele und große Hohlräume (mit Einfluss der Partikelgröße) vorliegen sowie bei hohen Temperaturen, wegen der Abhängigkeit von der Temperatur zur dritten Potenz.

7.3 Vergleich der Ergebnisse aus Modellierungsverfahren I und II

Das später entwickelte Modellierungsverfahren II unterscheidet sich im Wesentlichen vom Modellierungsverfahren I durch folgende vier Aspekte: die zusätzlichen freien Modellparameter 1) der effektiven Strahlungslänge, der einen größeren Anteil des Wärmetransports durch Strahlung erlaubt als das vorherige Modell durch theoretische Annahmen zugelassen hat, und 2) der Laserprofilbreite; 3) das neue Vergleichskriterium, welches auf einem gleichmäßig verteilten Raster in zeitlicher und räumlicher Dimension der in Kreisringen um das Heizzentrum auf der Probenoberfläche gemessenen Temperatur basiert; 4) das optimierte Suchverfahren zur Bestimmung der Wertekonstellation für die freien Parameter, die eine bestmögliche Übereinstimmung von gemessenen und modellierten Temperaturen bewirkt. Die Änderungen durch die Aspekte 1) bis 3) führen in gewissem Maße zu anderen Simulationsergebnissen, die im Folgenden vergleichend dargestellt werden.

Die Werte der Wärmeleitfähigkeit k_L durch den reinen Leitungsanteil liegen im Modellierungsverfahren II um einen Faktor 2 – 20 höher, wobei die größte Abweichung bei den sehr porösen RBD-Proben und der gesiebten Probe S3 auftritt. Diese Abweichung könnte damit erklärt werden, dass in dem alten Modell für den Vergleich der Temperaturen aus den Messungen und Modellierungen nur wenige und relativ dicht am Heizzentrum liegende Abstände verwendet wurden. Um die Übereinstimmung von gemessenen und simulierten Temperaturdaten gemäß des im Modellierungsverfahren II angewendeten Vergleichskriteriums auch weiter außerhalb vom Heizzentrum erreichen zu können, muss die Wärmeleitfähigkeit insgesamt höher sein. Die Funktion, welche für beide Modellierungsverfahren an die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit durch Leitung von dem Volumenfüllfaktor angepasst werden konnte, ist in beiden Fällen eine Exponentialfunktion, jedoch bei dem II. Modell mit einem steileren Anstieg hin zu größeren Volumenfüllfaktorwerten, der sich durch eine Potenz von $\sim 2,4$ beschreiben lässt. Im Vergleich zum Modellierungsverfahren I zeigen sich im II. Modell die niedrigsten Werte der Wärmeleitfähigkeit für die gesiebten Proben, die gleichzeitig aber auch den höchsten Beitrag zum Wärmetransport durch Strahlung liefern. Hierdurch zeigt sich, wie wichtig es ist, die Wärmestrahlung bei Medien mit vielen Zwischenräumen selbst für relativ niedrige Temperaturen mit einzubeziehen und dass die im Modell I zugrundeliegende Annahme, die effektive Strahlungslänge sei mit dem Partikeldurchmesser gleichzusetzen, nicht richtig ist.

Für den freien Modellparameter der Albedo a wurden im Modellierungsverfahren II geringfügig kleinere Werte gefunden als im Modellierungsverfahren I, was bedeutet, dass in dem Modell II etwas mehr Strahlung des Lasers in die Probe eindringt als bei dem Modell I und zusätzlich bei den gesiebten Proben mehr als bei den anderen Proben. Die Albedowerte für die gepressten Proben des Modells II stimmen sehr genau mit dem für diese Probenart an der PTB gemessenen Wert überein (siehe Kapitel 3.2.4).

Die Werte für die Eindringtiefe des Lasers s_{Laser} des Modellierungsverfahrens II liegen um das 2 – 3-fache höher als die des Modells I und sind ungefähr halb so groß wie die Zusatzmessungen aus Kapitel 3.2.3 erwarten ließen.

Insgesamt betrachtet liegen alle für die freien Parameter mithilfe des Modellierungsverfahren II gefundenen Werte in einem physikalisch sinnvollen Bereich und beweisen somit die Stimmigkeit des zugrundeliegenden theoretischen Modells und des Simulationsverfahrens. Der einzige Parameter, dessen Verhalten bis zuletzt nicht vollständig erklärbar ist, ist die Breite des gaußförmigen Laserprofils σ_{Laser} . Die als freier Modellparameter erzielten Werte liegen um einen Faktor von bis ~ 2 über den Werten, die gemessen wurden (siehe Kapitel 3.2.2), und stimmen nur mit den Messergebnissen für die gesinterten gepressten Proben überein. Diese systematische Abweichung zwischen den gesinterten und ungesinterten Proben resultiert möglicherweise aus der Wärmebehandlung durch das Sintern. Da nach Baehr und Stephan (2013) Abweichungen der Materialoberfläche vom Reinzustand, durch z. B. eine dünne Wasser- oder Oxidschicht, das Strahlungsverhalten maßgeblich beeinflussen können, ließe sich mutmaßen, dass durch das Aufheizen der Probe zum Sintern eine Änderung der ursprünglichen Oberflächenbeschaffenheit der Partikel stattgefunden hat. Zusätzlich haben die Messungen des Laserprofils nicht unter Vakuumbedingun-

gen stattgefunden im Gegensatz zu den Messungen der Wärmeleitfähigkeit, wodurch ebenfalls der Oberflächenzustand der Probenpartikel durch Abpumpen von angelagerten Wassermolekülen verändert worden sein kann. Desweiteren könnte bei den Labormessungen ein zusätzlicher, nicht im theoretischen Modell berücksichtigter Streuprozess an den Teilchenoberflächen stattgefunden haben, der durch die vermutlich unterschiedliche Oberflächenbeschaffenheiten bei den gesinterten und ungesinterten Proben beeinflusst wird, und sich indirekt durch eine entsprechende Breite des Laserprofils beschreiben und anpassen lässt. Im ungünstigsten Fall wird durch eine von vornherein größer angenommene Breite des in die Probe eindringenden Laserprofils ein Teil der Transportfunktion der Wärme übernommen, woraus folgern würde, dass die Werte für die Wärmeleitfähigkeit noch höher sein müssten.

Eventuell damit in Zusammenhang stehend, sind die Werte für die effektive Strahlungslänge der gesinterten Proben prinzipiell um einen Faktor ~ 5 höher als die der ungesinterten Proben, wofür der Grund bislang ungeklärt ist. Hierbei wäre möglicherweise zu berücksichtigen, dass die gesinterten Partikel etwas kleiner als die ungesinterten sind, aber nicht eindeutig klar ist, ob die Verkleinerung durch das Sintern erfolgte und/oder an kleiner ausgefallenen Partikeln der verwendeten Produktcharge liegt. Falls das Schrumpfen der Einzelpartikel größere Hohlräume geschaffen hat, könnten damit die größeren Werte für die effektive Strahlungslänge erklärt werden, falls dieser Effekt nicht durch ein Schrumpfen der gesamten Probe kompensiert wurde, oder gar aus der Modellierung mit kleinerer Laserprofilbreite als bei den ungesinterten Proben resultiert.

7.4 Vergleich mit Sakatani et al. (2017)

Sakatani et al. (2017) haben Wärmeleitfähigkeitsmessungen an Glaskugeln zweierlei Sorten mit Variation der Partikelgröße, Porosität und Temperatur unter Vakuumbedingungen durchgeführt. Als Messmethode der Wärmeleitfähigkeit wurde die Linien-Heizquelle-Methode verwendet und eine Separation von Leitungs- und Strahlungsanteil des Wärmetransports durch Anpassen einer Funktion der Form $k_{eff} = A k(T) + B T^3$ bewirkt, wobei die Parameter A und B die charakteristischen Werte jeweils für die Leitung über das Gerüst aus Einzelteilchen und die Wärmestrahlung in den Hohlräumen repräsentieren. Bei der Wärmeleitung wird zusätzlich angenommen, dass sie linear von der Temperatur abhängt.

Ein grober, allgemeiner Vergleich der Messergebnisse liefert den Eindruck, dass die Werte für den Leitungsanteil des Wärmetransfers von Sakatani et al. (2017) ein bis zwei Größenordnungen kleiner als die dieser Arbeit sind und die des Wärmestrahlungsanteils in der gleichen bis maximal eine Größenordnung höher liegen. Wichtig dabei zu beachten ist allerdings, dass die Glaskugeln der FGB-Proben von Sakatani et al. (2017) $\sim 50 - 600$ -fach größer als die dieser Arbeit sind. Wenn man davon ausgeht, dass die Wärmeleitfähigkeit durch Leitung, wie in dieser Arbeit abgeschätzt wurde, proportional zu $R^{-2/3}$ ist, dann ergibt sich aus dem Verhältnis der Partikelgrößen von $1,5 \mu\text{m}$ zu $(60 - 1000) \mu\text{m}$ ein Wert von $\sim (10 - 80)$, der den Faktor der relativ hohen Abweichungen aufgrund der unterschiedlichen Partikelgrößen erklären kann. Zusätzlich würde sich der Abweichungsfaktor noch verringern, wenn die höhe-

ren Volumenfüllfaktorwerte der FGB-Proben ($\phi \approx 0,6$) im Vergleich zu denen dieser Arbeit berücksichtigt werden würden.

Ein spezifischer Vergleich der Proben EMB-49.5 und EMB-86.2, deren Volumenfüllfaktorwerte von 0,50 und 0,14 jeweils denen der gepressten und den RBD-Proben dieser Arbeit am nächsten kommen (auch mit der angegebenen Größe von $< 10 \mu\text{m}$), ergibt, dass der Wärmeleitungsanteil für die gepressten Proben um einen Faktor 3 – 5 größer als der der EMB-49.5-Probe ist und der Wärmestrahlungsanteil in etwa ein Zehntel geringer ausfällt. Die RBD-Proben zeigen eine sehr starke Abweichung für den Leitungsanteil, der 70-fach höher liegt als für die EMB-86.2-Probe, und für den Strahlungsanteil einen 5-fach höheren Wert. Die teilweise hohen Abweichungen bezüglich der Werte für die Wärmeleitung sind nicht gesichert erklärbar, könnten aber mit der Art der Messung der Wärmeleitfähigkeit zusammenhängen. Gerade im Fall der porösen aus einzelnen Kugeln gebildeten Proben ist denkbar, dass der von Sakatani et al. (2017) verwendete Linien-Heizquelle-Sensor, welcher als Draht in die Probe eingebracht ist, zum einen die für die Porosität charakteristische Packungsstruktur direkt in der Nähe des Drahtes verändert und zum anderen eine ungenügende Kontaktierung zu den Einzelteilchen direkt in der Nähe des Drahtes hat, wodurch eine verfälscht geringere Wärmeleitfähigkeit durch Leitung und Überschätzung des Strahlungsanteils resultieren könnte. Genau wegen dieser möglicherweise auftretenden Probleme wurde für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit in dieser Arbeit eine berührungslose Messmethode gewählt.

Die Analysen des Einflusses verschiedener Parameter auf die Strahlungs- und Leitungs-komponente der Wärmeleitfähigkeit von Sakatani et al. (2017) zeigen grob betrachtet ähnliche Trends, bis auf einen wesentlichen Unterschied bei der Abhängigkeit von der Partikelgröße. Für den Wärmetransport durch Leitung wird von Sakatani et al. (2017) kaum eine Abhängigkeit von der Partikelgröße bzw. eher ein leichter Anstieg mit zunehmender Partikelgröße beobachtet, was im Gegensatz zu den Ergebnissen dieser Arbeit steht.

7.5 Sinterverhalten

Im Rahmen dieser Arbeit konnte zum einen die Wärmeleitfähigkeit für gesinterte gepresste SiO_2 -Staubproben mithilfe des kombinierten Verfahrens aus experimentellen Messungen und numerischen Simulationen bestimmt und zum anderen ein theoretisches Modell mit analytischer Lösung für den Wärmetransport durch Leitung eines Kugelpaares, dessen Kontaktfläche sich durch den Sinterprozess vergrößert, entwickelt werden. Mithilfe eines angepassten Vorfaktors für die Gleichung des 2-Kugel-Kontakt-Modells zur Beschreibung der Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Verhältnisses aus Kontaktradius zu Partikelradius lässt sich der charakteristische Verlauf der Messergebnisse für die Wärmeleitfähigkeit durch reine Leitung der gesinterten Staubproben sehr gut beschreiben. Eine theoretische Erklärung und empirische Verifikation für die genaue Definition des Vorfaktors steht noch aus. Da das 2-Kugel-Kontakt-Modell als Einheitszelle sich auf den Wärmetransport entlang der Kontaktachse beider Einzelpartikeln beschränkt und die Volumina der Modellkugeln sich während der größer werdenden Kontaktfläche durch das Sintern verkleinern,

müssten bei der Verwendung des Modells für eine beliebig vorliegende Kugelpackung folgende Aspekte in dem Vorfaktor berücksichtigt werden: die Porosität sowie die Packungsstruktur der Ausgangsprobe vor dem Sintern, je nach dominierendem Sinterprozess die Verdichtung der Probe und Veränderung der Partikelform, und gegebenenfalls eine andere Wärmeleitfähigkeit im Bereich des Sinterhalses (Kontaktwiderstand). Wärmestrahlung wurde bisher in dem 2-Kugel-Kontakt-Modell nicht berücksichtigt und auf eine spezielle Analyse verzichtet, da bei den untersuchten gepressten Proben der Wärmetransferanteil durch Strahlung vernachlässigbar gering ausfällt.

Erschwerend bei der Bestimmung dieser Einflüsse auf die effektive Wärmeleitfähigkeit von gesinterten porösen Proben kommt hinzu, dass je poröser die Probe ist, die Wahrscheinlichkeit steigt, während des Sintervorgangs mehrere Sintergenerationen vorzufinden (German 1996). Bei hochporösen Medien, insbesondere bei unterschiedlichen Packungsdichten innerhalb der Staubprobe wie bei dem gesiebten Typ, kann es beim Sintern durch Rearrangement und Verdichtung zu neuen Kontaktstellen kommen, wodurch gleichzeitig verschiedene Sinterzustände innerhalb der Probe zu erwarten sind. Bei einem Medium mit einem relativ hohen Volumenfüllfaktor hingegen ist eine weitere Verdichtung und damit zusätzliche Kontaktstellen unwahrscheinlich. In dem Fall wird man mit zunehmendem Sintergrad immer sehr ähnliche Sinterzustände vorfinden. Ebenfalls ist zu berücksichtigen, dass bei Massentransport durch Volumendiffusion, wie er nach der Untersuchung in Kapitel 3.3 scheinbar für die Staubproben dieser Arbeit vorliegt, die Einzelpartikel zunehmend enger aneinander rücken, wodurch sich das Porenvolumen verkleinert, was den Wärmetransferanteil durch Strahlung geringer werden lässt. Dieser Prozess wirkt der zunehmenden Wärmeleitfähigkeit durch Leitung über die während des Sinterns größer werdenden Kontaktflächen entgegen.

Da während des Sinterprozesses die relevanten Parameter, welche die effektive Wärmeleitfähigkeit definieren, wie Kontaktflächengröße, Partikelgröße, Partikelabstände, Koordinationszahl und Größe der Hohlräume zwischen den Partikeln, sich dynamisch ändern, sind hohe Anforderungen an ein Modell gestellt, das vollständig den Wärmetransport in gesinterten porösen Proben beschreiben will. Zum grundlegenden Verständnis der Einflüsse dieser Parameter auf die Wärmeleitfähigkeit ist deswegen eine saubere Trennung nötig, weshalb die Resultate aus dem Modellierungsverfahren der gesinterten Proben nicht in die Analyse der Abhängigkeit von Volumenfüllfaktor, Koordinationszahl und Partikelgröße der ungesinterten Proben miteinbezogen wurden.

8 Modellierung von Wärmetransport im Kometen 67P

Da Kometen als eine der ursprünglichst gebliebenen Körper bei der Entstehung des Sonnensystems gelten, erhofft man sich durch deren Untersuchung weiterführende Erkenntnisse über den Bildungsprozess von Planeten zu erlangen. Bei der zwischen 2004 und 2016 stattgefundenen Mission Rosetta der europäischen Weltraumorganisation ESA sollte zu diesem Zweck der Komet 67P/Tschurjumow-Gerassimenko mit verschiedenen Messmethoden genauer analysiert werden. Die Raumsonde Rosetta wurde hierzu auf eine Umlaufbahn um den Kometen geschickt, um per Fernerkundung Informationen über den Kometenkern, die Koma, den Ionen- und den Staubschweif zu erlangen. Endgültiges Ziel der Mission war das Absetzen der Landeinheit Philae auf dem Kometenkern, um dort vor Ort physikalische, mineralogische und chemische Messungen vornehmen zu können.

Auf dem Lander Philae befanden sich insgesamt zehn Messinstrumente, unter anderem die Sensoreinheit MUPUS (Multi-Purpose Sensors for Surface and Sub-Surface Science), welche mehrere Sensoren zur Bestimmung von thermischen und mechanischen Eigenschaften der obersten Schichten des Kometenkerns sowie deren Energiebilanz beinhaltet (Spohn et al. 2007). Eine der drei Hauptkomponenten des MUPUS-Systems ist das IR-Radiometer MUPUS-TM (MUPUS Thermal Mapper) zur Messung der Strahlungstemperatur der Kometenkernoberfläche. Die Sensoreinheit MUPUS-TM ist an der oberen Kante des Landers Philae in einem festen Winkel von 45° zur senkrechten Achse von Philae montiert und hat einen Sichtbereich von $\sim 1 \text{ m}^2$ auf den Untergrund. Die IR-Sensoreinheit besteht aus vier Thermosäulen-Detektoren, welche durch einen Passbandfilter Strahlung im Wellenlängenbereich $(5-25) \mu\text{m}$ detektieren kann (Informationen zu MUPUS-TM aus Spohn et al. (2007) und Spohn et al. (2015)).

Nach endgültiger Landung von Philae am 12. November 2014 auf der Abydos genannten Region des Kometen Tschurjumow-Gerassimenko konnte mit MUPUS-TM die Oberflächentemperatur des Kometenkerns für eine Dauer von 40 h gemessen werden, was bei einer Rotationsperiode des Kometen von $\sim 12,4 \text{ h}$ (Mottola et al. 2014) ungefähr drei Kometentagen entspricht. Aus dieser gemessenen Datenreihe haben Spohn et al. (2015) eine mittlere Variation der Tagestemperatur bestimmt, welche einen Anstieg der Temperatur von $\sim 117 \text{ K}$ bis $\sim 130 \text{ K}$ und anschließend

Wiederabfall insgesamt innerhalb von ~ 40 min zeigt. Der Bereich erhöhter Temperaturen ist als Phase von direkter Sonneneinstrahlung auf den Detektionsbereich des MUPUS-TM zu interpretieren, wohingegen der restliche Temperaturverlauf der Aufnahmen von diffuser Strahlung aus der Umgebung stammen (Spohn et al. 2015).

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein thermophysikalisches Modell erstellt, um die von MUPUS-TM gemessenen Temperaturdaten aus Spohn et al. (2015) numerisch zu simulieren. Das Modell beinhaltet Annahmen über den strukturellen Aufbau der Kometenkernoberfläche nach Blum et al. (2017), in dem davon ausgegangen wird, dass der Kometenkern porös ist und sich aus Agglomeraten zusammensetzt, die wiederum aus kleineren Einzelpartikeln aufgebaut sind. Für die Simulation der Erwärmung der Oberfläche des Kometen 67P muss die Wärmetransportgleichung gelöst werden, welche als Modell die Umstände, die zu den Messergebnissen von MUPUS-TM geführt haben, so realistisch wie möglich beinhaltet, jedoch mit einigen vereinfachten Annahmen reproduzieren soll. In die Wärmetransportgleichung gehen verschiedene Parameter ein, unter anderem die Größe der Aggregate, aus denen der Kometenkern aufgebaut ist. Die numerische Modellierung zur Lösung der Wärmetransportgleichung beinhaltet einen Suchalgorithmus, der den optimalen Aggregatradius finden soll, um die beste Übereinstimmung von gemessenen und modellierten Temperaturdaten zu ermitteln.

In den folgenden Abschnitten wird zunächst das Ausgangsmodell der Kometenkernstruktur erläutert, daraufhin das Wärmetransportmodell für die Simulation der von MUPUS-TM gemessenen Oberflächenerwärmung des Kometen 67P erklärt und anschließend die Ergebnisse der Modellierungen präsentiert und diskutiert.

8.1 Modell der Kometenkernstruktur

Blum et al. (2017) gehen davon aus, dass sich der Komet 67P/Tschurjumow-Gerassimenko durch sanften gravitativen Kollaps einer gebundenen Anhäufung von millimetergroßen Aggregaten gebildet hat, welche selbst aus mikrometergroßen Staub- und Wassereispartikeln bestehen. Die Aggregate können sich dabei aus einer Mischung von einzelnen Staub- und Eispartikeln zusammensetzen oder bestehen aus reinen Staubpartikeln, welche von Aggregaten aus Eispartikeln durchmengt sind. Man nimmt dabei an, dass sich die Aggregate gebildet haben, bevor sie sich zu einem Kometenkern geformt haben (Skorov und Blum 2012). In Abbildung 8.1 ist schematisch ein dreidimensionaler Ausschnitt einer Kometenkernoberfläche dargestellt, wobei die obersten Lagen aus Staubaggregaten (dunkelgraue Kugeln) bestehen und die darunterliegenden Aggregatschichten aus einem Staub-Eis-Gemisch (hellblaugraue Kugeln). (In dieser Darstellung ist für die inneren Schichten nicht der Fall einer Durchmischung von separierten Staub- und Eisaggregaten gezeigt.) Auf der rechten Seite der Abbildung 8.1 ist der Querschnitt der zwei Aggregatsorten zu sehen, die (oben rechts in der Abbildung) aus einzelnen Staubpartikeln und (unten rechts in der Abbildung) aus einer Mischung von einzelnen Staub- und Eispartikeln bestehen. Das gezeigte Größenverhältnis von Einzelpartikel zu Aggregatgröße ist hier nicht realistisch dargestellt und würde bei der Annahme von mikrometergroßen

Einzelpartikeln einem Verhältnis von $\sim 1 : 1000$ entsprechen.

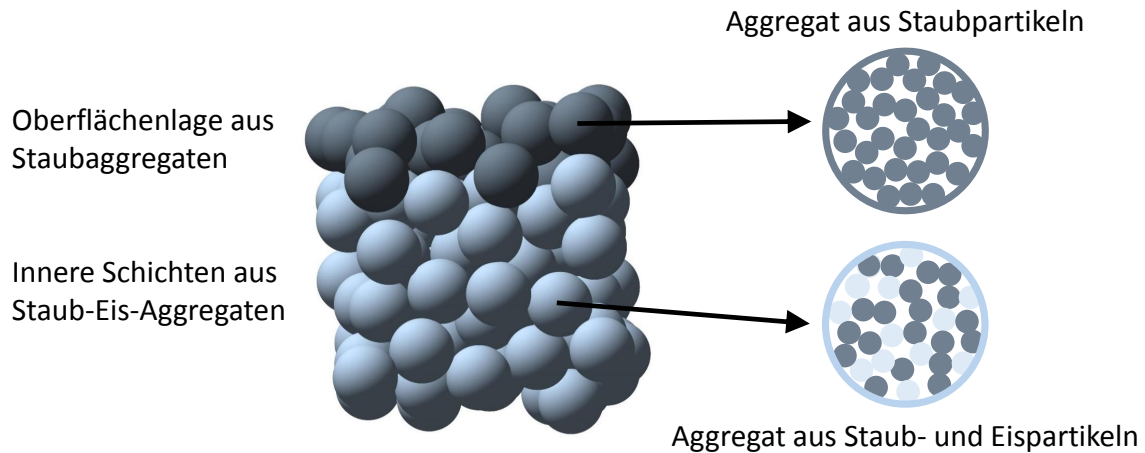


Abbildung 8.1: Schematische Skizze zu dem Aufbau der Kometenkernoberfläche, deren oberste Schichten aus reinen Staubaggregaten und die darunter liegenden Schichten aus Aggregaten mit sowohl Eis- als auch Staubpartikeln bestehen.

Die äußersten Schichten des Kometenkerns enthalten aufgrund der Sonnenbestrahlung und resultierender Evaporation des Eisanteils nur Staub. Dabei kann man bei dem Kometen 67P basierend auf OSIRIS Messungen davon ausgehen, dass bei einer Bond'schen Albedo von 0,012 für die Wellenlänge von 480 nm (Werte aus Tabelle 3 in Fornasier et al. (2015)) nahezu die gesamte Sonneneinstrahlung von der Kometenoberfläche absorbiert und in Wärme umgewandelt wird. Die Wellenlänge von 480 nm entspricht dabei ungefähr dem Maximum der Strahlungsintensität des Sonnenspektrums. Die Wärmeübertragung in den Oberflächenschichten des Kometenkerns beinhaltet zum einen den Wärmetransfer durch Wärmeleitung über die sich berührenden Agglomerate und Wärmestrahlung in den Hohlräumen zwischen den Agglomeraten und zum anderen den Wärmetransfer innerhalb der Agglomerate über Leitung und Strahlung. Die bei dem Wärmetransport zu berücksichtigende Packungsdichte der Staub-Aggregat-Schichten wird aus dem Volumenfüllfaktor der Aggregatstruktur und dem der Aggregate selbst gebildet. Der nach innen weitergeleitete Anteil der Wärme, welcher nicht in den Außenraum abgestrahlt wird, kann bei Erreichen der Grenze hin zu Staub-Eis-Partikeln zur Evaporation des Wassereises führen, welches als Wassermoleküle direkt ins umgebende Vakuum entweichen kann oder auf dem Weg an die Oberfläche an anderen Partikeln gestreut wird. Wassermoleküle in tieferen Schichten, welche als kälter anzusehen sind, können auch wieder zu Eis rekondensieren. In Abbildung 8.2 ist schematisch ein Volumenelement der Kometenoberfläche dargestellt, welches sich aus Agglomeraten in den obersten Lagen bestehend aus Staub (dunkelgraue Kugeln) und in tieferen Lagen aus einem Staub-Eis-Gemisch (hellblaugraue Kugeln) zusammensetzt. Eingezeichnet sind mögliche Wege der Wärmetübertragung durch Einstrahlung der Sonne auf die Oberfläche, thermische Abstrahlung von der Oberfläche, Wärmeleitung durch die Kontaktstellen der Agglomeraten sowie Wärmestrahlung zwischen den Agglomeraten. Die Entwicklungswege der durch Wärmeeinfluss evaporierten Wassermoleküle der Eispartikel sind als gestrichelte Linien dargestellt und nach den Fällen (1) direktes

Entweichen, (2) Streuung an Partikeln und (3) Rekondensation mit entsprechenden Zahlen gekennzeichnet.

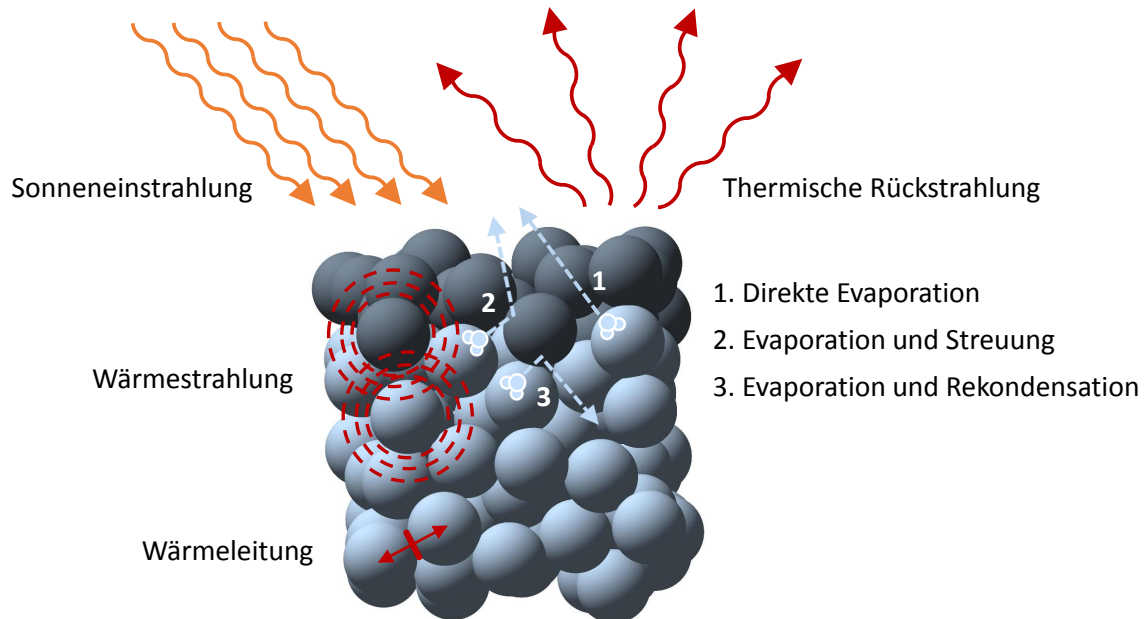


Abbildung 8.2: Oberflächenvolumenelement eines Kometenkerns bestehend aus näherungsweise kugelförmigen Agglomeraten in einer zufällig dichten Packung (im Englischen: random close packing = RCP) mit einem Volumenfüllfaktor von $\phi_{RCP} \approx 0,6$. Die Agglomerate des Kometenkerns bestehen aus einer Mischung von Staubmaterial und Eis (hellblaugraue Kugeln), wobei die obersten Lagen des Kometenkerns aufgrund der Einwirkung von Sonnenstrahlung eisfrei sind (dunkelgraue Kugeln). Dargestellt sind die verschiedenen Arten von Wärmetransport wie Sonneneinstrahlung, thermische Wieder-Abstrahlung von der Kometenkernoberfläche, Wärmestrahlung in den Zwischenräumen der Agglomerate sowie Wärmeleitung sich berührender Agglomerate. Die eingezeichneten gestrichelten Pfeile mit angefügten Nummern stellen mögliche Wege von Wassermolekülen beim Prozess der Verdunstung dar: (1) direkt ins Vakuum, (2) mit Streuung an anderen Partikeln, (3) zurück ins Kometenkerninnere mit Rekondensation. (Nach Blum et al. (2017))

8.2 Numerische Modellierung des Wärmetransports

Nach der endgültigen Positionierung von Rosettas Lander Philae auf der Region Abydos auf dem Kometen 67P hat das Infrarot-Radiometer MUPUS-TM von Philae 41 h lang Temperaturdaten der Kometenoberfläche aufgenommen. Spohn et al. (2015) haben aus diesen Messungen einen mittleren Temperaturverlauf pro Kometentag ($\sim 12,4$ h) bestimmt. Der Temperaturverlauf zeigt eine Temperaturerhöhung von ~ 117 K auf ~ 129 K und plötzlichem Wiederabfall in einem Zeitraum von ~ 40 min. Dieser in den Messdaten von drei Kometentagen regelmäßig wiederkehrende Temperaturanstieg und -abstieg zusammen mit einem ähnlich registrierten

Temperaturverlauf von Solarpaneelen auf Philae (Information aus den Houskeeping Daten von Philae) impliziert die Annahme, dass es sich um eine Phase direkter Sonnenbestrahlung handelt. Mithilfe der Finiten-Elemente-Methode (FEM) wurde in dieser Arbeit die Temperaturkurve im zeitlichen Bereich von plötzlichem Anstieg bis zur maximal erreichten Temperatur (~ 28 min) simuliert, um die von Spohn et al. (2015) gemessene Temperaturkurve unter bestimmten Modellannahmen zu reproduzieren. Ziel der numerischen Modellierung ist es, die Größe der Staubaggregate, aus denen der Kometenkern von 67P zusammengesetzt ist, dem Kometenkern-Struktur-Modell von Blum et al. (2017), welches im vorherigen Kapitel 8.1 beschrieben wurde, entsprechend einzugrenzen. Die Umsetzung der FEM Modellierung erfolgte dabei mit MATLAB (Version 2016b). Für den direkten Vergleich der Ergebnisse von Messung und Modellierung wurden die gemessenen Temperaturdaten vom MUPUS Team zur Verfügung gestellt.

In dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten numerischen Modell soll die von MUPUS-TM gemessene zeitweise Erwärmung eines von der Sonne beschienenen Teils der Kometenkerneloberfläche von 67P simuliert werden. Dabei wird im Modell nicht der Wärmetransport im gesamten Kometenkern betrachtet, sondern nur in einem Volumenausschnitt der Kometenkerneloberfläche (wie in Abbildung 8.2), der an seiner Oberfläche komplett von der Sonnenstrahlung getroffen wird. Es wird davon ausgegangen, dass das Gesichtsfeld von MUPUS-TM mit einer Fläche von $\sim 1 \text{ m}^2$ (Spohn et al. 2015) wesentlich kleiner als die tatsächlich von der Sonne beschienene Fläche ist, so dass thermische Randeffekte am Übergang in den Bereich von Schatten nicht zu berücksichtigen sind. Im Modell wird zusätzlich vereinfacht davon ausgegangen, dass die Sonne senkrecht von oben auf die Kometenkerneloberfläche scheint und während der 28-minütigen Erwärmung konstant ist. Die Oberfläche sowie darunter liegende Schichten werden als plan und parallel angenommen und setzen sich aus gleich großen kugelförmigen Agglomeraten zusammen. Die Agglomerate selbst bestehen aus monodispersen sphärischen Einzelpartikeln, die mit einem Volumenfüllfaktor von $\phi = 0,4$ die Agglomerate bilden. Die Agglomerate in den einzelnen Schichten sind regelmäßig angeordnet, so dass sich bei Erwärmung durch die Sonne von oben ein vertikaler Temperaturgradient bildet mit konstanter Temperatur entlang der Horizontalen. Aufgrund der vorliegenden Isothermie in horizontaler Richtung kann die Wärme nur in vertikaler Richtung fließen. Für die Berechnung des Wärmetransports entlang der Vertikalen, der sich aus Wärmestrahlung zwischen den Agglomeraten und der Wärmeleitung sich berührender Agglomerate zusammensetzt, wird im Modell der Anteil des Wärmetransports durch reine Leitung weggelassen, da er im Vergleich zu dem der Wärmestrahlung verschwindend gering ist aufgrund der kleinen und wenigen Kontaktflächen. Der Wärmetransport im Inneren der Aggregate wird separat betrachtet und beinhaltet die Berechnung einer effektiven Wärmeleitfähigkeit zusammengesetzt aus Wärmeleitung über die Kontaktstellen der Einzelpartikeln und der Wärmestrahlung in den Hohlräumen zwischen den Einzelpartikeln.

Aufgrund der bisher genannten Vereinfachungen des Modells und der Annahme, dass die Wärmeleitung über die Kontaktstellen der sich berührenden Agglomerate vernachlässigbar ist, lässt sich die Modellierung des Wärmetransports in der Kometenkerneloberfläche auf die Berechnung eines einzigen repräsentativen Staubaggregats

aus der obersten von der Sonne beschienenen Aggregatschicht des Kometenkerns reduzieren. Dabei wird der Wärmetransport in einem kugelförmigen Aggregat simuliert, das senkrecht von oben von der Sonne bestrahlt und somit erwärmt wird. Der Transfer der Wärme innerhalb des Agglomerats über die Kontaktstellen zwischen den Einzelpartikeln und die Wärmestrahlung in den Zwischenräumen der Teilchen wird mithilfe der Wärmetransportgleichung berechnet (siehe Gleichung 8.1). Die Bilanz aus thermischer Ein- und Abstrahlung an der Oberfläche des Agglomerats sowie der Strahlungsaustausch mit benachbarten Agglomeraten wird in dem Modell als Randbedingungen implementiert. Da der Wärmefluss in der betrachteten Aggregatkugel um ihre Mittelachse, die senkrecht zur Kometenkernoberfläche steht, rotationssymmetrisch ist, lässt sich die dreidimensionale Berechnung auf eine zweidimensionale Geometrie, einen Halbkreis, reduzieren, in dem die zu lösende Wärmetransportgleichung in Zylinderkoordinaten berechnet wird mit der vertikalen Achse des Kreises als Symmetrieachse (siehe Abbildung 8.3). Zur numerischen Lösung des vorliegenden Wärmetransportproblems wurde die Finite-Elemente-Methode (FEM) gewählt, wobei die Umsetzung mit Algorithmen der *Partial Differential Equation Toolbox*TM von MATLAB (Version 2016b) erfolgte.

Grundlage für die numerischen Modellierung eines von der Sonne beschienenen Agglomerats der Oberflächenschicht des Kometenkerns von 67P ist die Wärmetransportgleichung

$$\rho_A c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(k_{eff} \nabla T), \quad (8.1)$$

mit der Dichte ρ_A , der spezifischen Wärmekapazität c_p und der effektiven Wärmeleitfähigkeit k_{eff} des Staubagglomerats. Die Dichte des Agglomerats ist nach $\rho_A = \rho \phi$ gegeben aus der Dichte der einzelnen Staubpartikel ρ und dem Volumenfüllfaktor des Agglomerats ϕ .

Die effektive Wärmeleitfähigkeit k_{eff} im Inneren des Agglomerats setzt sich additiv aus der Wärmeleitung k_L über die Kontaktstellen der Einzelpartikel und der Wärmestrahlung k_S zwischen den Einzelpartikeln nach $k_{eff} = k_S + k_L$ zusammen. Für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit durch Strahlung zwischen den Monomeren wird die Gleichung nach Merrill (1969) verwendet

$$k_S(T, r) = \frac{16}{3} \sigma l(r) T^3, \quad (8.2)$$

mit σ , der Stefan-Boltzmann-Konstanten, und l , der mittleren freien Weglänge der Photonen in den Hohlräumen des Agglomerats. Diese mittlere freie Weglänge zwischen den Einzelpartikeln lässt sich nach Gundlach und Blum (2012) aus dem Volumenfüllfaktor des Agglomerats ϕ , dem Radius der Monomere r und einem Skalierungsparameter s_l berechnen

$$l(r) = s_l \frac{1 - \phi}{\phi} r. \quad (8.3)$$

Die Wärmeleitfähigkeit durch Leitung der kontaktierenden Einzelpartikel ist nach Gundlach und Blum (2012) gegeben aus der Wärmeleitfähigkeit des Materials

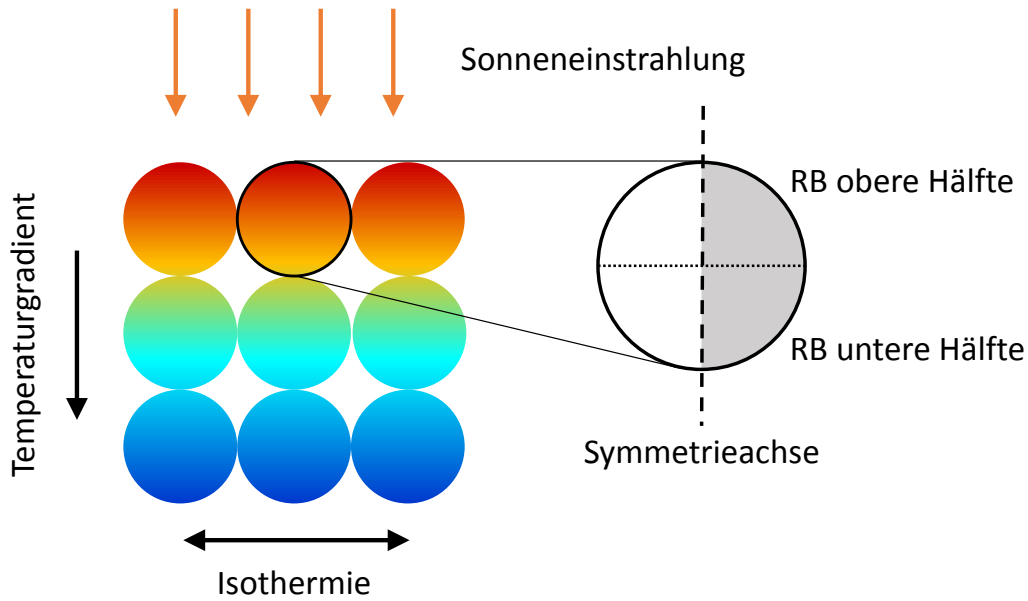


Abbildung 8.3: Skizze zum FEM-Modell für die Simulation des Wärmetransports in den obersten Schichten des Kometenkerns von 67P. Durch die vereinfachten Annahmen, dass die Agglomerate des Kometenkerns gleichmäßig und planparallel zur Oberfläche angeordnet sind sowie die Sonne senkrecht von oben auf die Kometenkernoberfläche scheint, ergibt sich in horizontaler Richtung ein isothermer Zustand und in vertikaler Richtung ein konstanter Temperaturgradient. Zusätzlich wird angenommen, dass als Wärmetransport zwischen den Agglomeraten die Strahlung im Vergleich zur Leitung über die Kontaktstellen dominiert. Diese Vereinfachungen und symmetrischen Umstände ermöglichen die Reduktion des numerischen Modells auf die Berechnung an einem einzigen Agglomerat der Kometenkernoberfläche unter Berücksichtigung aller stattfindenden Wärmetransportprozesse. Bei der Lösung des Problems mit der FEM von MATLAB lassen sich die Berechnungen aufgrund der Rotationssymmetrie in Zylinderkoordinaten und somit in 2D durchführen. Die senkrechte Mittelachse der Agglomeratkugel stellt dabei die Symmetrieachse dar und der Wärmeaustausch des Agglomerats mit der Umgebung inklusive Sonneneinstrahlung und den benachbarten Agglomeraten wird anhand entsprechender Randbedingungen (RB) implementiert. (Nach Blum et al. (2017))

der Einzelteilchen k multipliziert mit einem Faktor $H(r)$

$$k_L(r) = k H(r) = k \left[\frac{9\pi}{4} \frac{1 - \mu^2}{Y} \frac{\gamma}{r} \right]^{1/3} f_1 e^{f_2 \phi}. \quad (8.4)$$

In den als Hertz-Faktor bezeichneten Vorfaktor gehen unter anderem die Poissonzahl μ , das Elastizitätsmodul Y , die spezifische Oberflächenenergie γ der Monomere ein sowie die Strukturparameter f_1 und f_2 zur Berücksichtigung der Packungsstruktur der Einzelteilchen im Agglomerat.

Insgesamt ergibt sich somit folgende effektive Wärmeleitfähigkeit für ein Aggregat gebildet aus gleich großen kugelförmigen Einzelpartikeln

$$k_{eff}(T, r) = \frac{16}{3} \sigma s_l \frac{1 - \phi}{\phi} r T^3 + k \left[\frac{9\pi}{4} \frac{1 - \mu^2}{Y} \frac{\gamma}{r} \right]^{1/3} f_1 e^{f_2 \phi}. \quad (8.5)$$

Die Randbedingung für die Oberfläche der oberen Aggregatkugelhälfte wird definiert durch die Energiebilanz aus Absorption der Sonnenstrahlung Q_{\odot} , dem Strahlungsaustausch mit der Umgebung Q_S und dem Wärmetransport im Inneren des Agglomerats

$$\begin{aligned} \mathbf{n} \cdot k_{\text{eff}}(T) \nabla T &= Q_S + Q_{\odot} \\ &= \left[\varepsilon \sigma \left(T_{\text{Umgebung, außen}}^4 - T^4 \right) + f_{I_{\odot}} I_{\odot} \left(\frac{d_E}{d_H} \right)^2 (1 - a) \right] \cos \vartheta. \end{aligned} \quad (8.6)$$

Hierbei sind \mathbf{n} der Normalenvektor zur Kugeloberfläche, ε der Emissionsgrad der Einzelteilchen, $T_{\text{Umgebung, außen}} = 0 \text{ K}$ die Umgebungstemperatur, I_{\odot} die Solarkonstante, $d_E = 1 \text{ AE}$ der mittlere Abstand zwischen Erde und Sonne, $d_H = 2,99 \text{ AE}$ der heliozentrische Abstand des Kometen während der Landung von Philae und a die Albedo der Kometenkernoberfläche. Da davon ausgegangen wird, dass horizontal benachbarte Aggregate sich im gleichen thermischen Zustand befinden, d. h. kein Wärmeaustausch in horizontaler Richtung stattfindet, wird die Energiebilanz der Randbedingung für die obere Kugelhälfte mit dem Faktor $\cos \vartheta$ auf die Wirkung in vertikaler Richtung beschränkt. ϑ ist hierbei der Winkel zwischen der Normalen auf der Kugeloberfläche und der Vertikalen. Der Faktor $f_{I_{\odot}}$ dient zur Korrektur der Solarkonstanten, da nicht genau bekannt ist, in welchem Winkel die Sonneneinstrahlung auf die von MUPUS-TM vermessene Fläche getroffen ist. In der Modellierung ist dieser Korrekturfaktor neben dem Aggregatradius Gegenstand des Algorithmus zur Suche nach den optimalen Werten für die beste Übereinstimmung von Messung und Modellierung, wobei $f_{I_{\odot}}$ Werte zwischen 0 und 1 annehmen kann.

Die Randbedingung für die untere Kugeloberfläche des Aggregats ergibt sich aus der Energiebilanz von dem Wärmetransport im Inneren und dem Strahlungsaustausch mit der Umgebung, welcher durch die umliegenden Agglomerate gegeben ist

$$\mathbf{n} \cdot k_{\text{eff}}(T) \nabla T = \varepsilon \sigma \left(T_{\text{Umgebung, innen}}^4 - T^4 \right). \quad (8.7)$$

Da die benachbarten Agglomerate in Richtung des Kometenkerninneren während des Aufheizprozesses ebenfalls ihre Temperatur ändern, man jedoch keine Kenntnisse (z. B. durch Messungen) über entsprechende Werte hat, werden sie im Modell abgeschätzt, in dem zwei Extremfälle (**Fall (a)** und **Fall (b)** genannt) berechnet werden. Im **Fall (a)** wird angenommen, dass der Wärmetransport innerhalb des von oben geheizten Agglomerats so ineffektiv ist, dass im unteren Bereich des Agglomerats keine Wärme ankommt. Dieser Effekt ist eher für große Agglomerate wahrscheinlich. Für die Modellierung wird für diesen Fall die Umgebungstemperatur als konstant und gleich der Anfangstemperatur $T_0 \approx 117 \text{ K}$ der von MUPUS-TM gemessenen Aufheizkurve angenommen. Im **Fall (b)** erfolgt der Transport der Wärme von der Oberseite des Agglomerats zur Unterseite so effizient, dass während der Dauer der Sonneneinstrahlung sich eine gleichmäßige Temperatur in dem Agglomerat einstellt (stationärer Zustand), was eher für kleine Agglomerate typisch wäre. Im Modell wird dieser Fall umgesetzt, in dem für die Umgebungstemperatur die zeitabhängige Temperatur der von MUPUS-TM gemessenen Aufheizkurve verwendet wird.

Entlang der senkrechten Symmetrieachse der Aggregatkugel gilt die Neumann-Randbedingung $\mathbf{n} \cdot k_{\text{eff}}(T) \nabla T = 0$, da dort orthogonal zur Achse kein Wärmefluss stattfindet.

Die im Modell verwendeten Parameterwerte für die Gleichungen 8.1 bis 8.7 sind in Tabelle 8.1 aufgelistet. Es wurde für die Wärmeleitfähigkeit der Staubpartikel der Wert von $k = 0,5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ gewählt aufgrund des hohen Anteils von organischem Material im Festkörperanteil des Kometen.

Tabelle 8.1: Parameter des FEM-Modells zur Simulation der von MUPUS-TM gemessenen Oberflächentemperatur von Komet 67P. (Nach Blum et al. (2017))

	Parameter	Symbol	Wert
Monomere:	Dichte	ρ	2600 kg m^{-3}
	Wärmeleitfähigkeit	k	$0,5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$
	Poissonzahl	μ	0,17
	Elastizitätsmodul	Y	$5,5 \times 10^{10} \text{ Pa}$
	Spezifische Oberflächenenergie	γ	$0,01 \text{ S J m}^{-2}$
	Radius	r	$1,0 \times 10^{-6} \text{ m}$
Aggregate:	Volumenfüllfaktor	ϕ	0,4
Allgemein:	Skalierungsparameter	s_l	1,34
	Emissionsgrad	ε	1,0
	Albedo	a	0,012
	Heliozentrischer Abstand	d_H	2,99 AE
	Strukturparameter	f_1	0,0518
		f_2	5,26

Für die FEM-Modellierung mit MATLAB, in der sowohl der Aggregatradius als auch der Solarkonstantenfaktor freie Parameter sind, wurde die Auflösung des FEM-Gitters nicht als konstante Größe gewählt, sondern die maximale Elementkantenlänge des FEM-Gitters in Abhängigkeit von dem Aggregatradius mit einem konstanten Vorfaktor. Dies gewährleistet eine gleichbleibende Genauigkeit bei der Berechnung, die unabhängig von der Größe der Modellgeometrie ist. Der Vorfaktor von 0,04 für die maximale Elementkantenlänge erwies sich dabei als der kleinstmögliche Wert für den verwendeten Rechner, ohne dass eine Fehlermeldung von MATLAB, es wäre nicht genügend Speicherplatz vorhanden, verursacht wurde. In Abbildung 8.4 ist in der linken Grafik die Verteilung des FEM-Gitters im Inneren der Modellgeometrie des Halbkreises zu sehen. Die Temperaturverteilung im Innern der Aggregatkugel als Ergebnis der Modellierung nach ~ 28 Minuten Sonneneinstrahlung ist in der rechten Grafik dargestellt. Die zugehörigen Parameter, welche zu einer bestmöglichen Übereinstimmung von Messung und Modell führten, sind $R = 0,44 \text{ mm}$ für den Aggregatradius und $f_{I_0} = 0,16$ für den Korrekturfaktor der Solarkonstanten.

Um das Ergebnis der Modellierung für die Oberflächentemperatur des Kometen 67P direkt mit den Werten der Aufheizkurve vergleichen zu können, muss aus

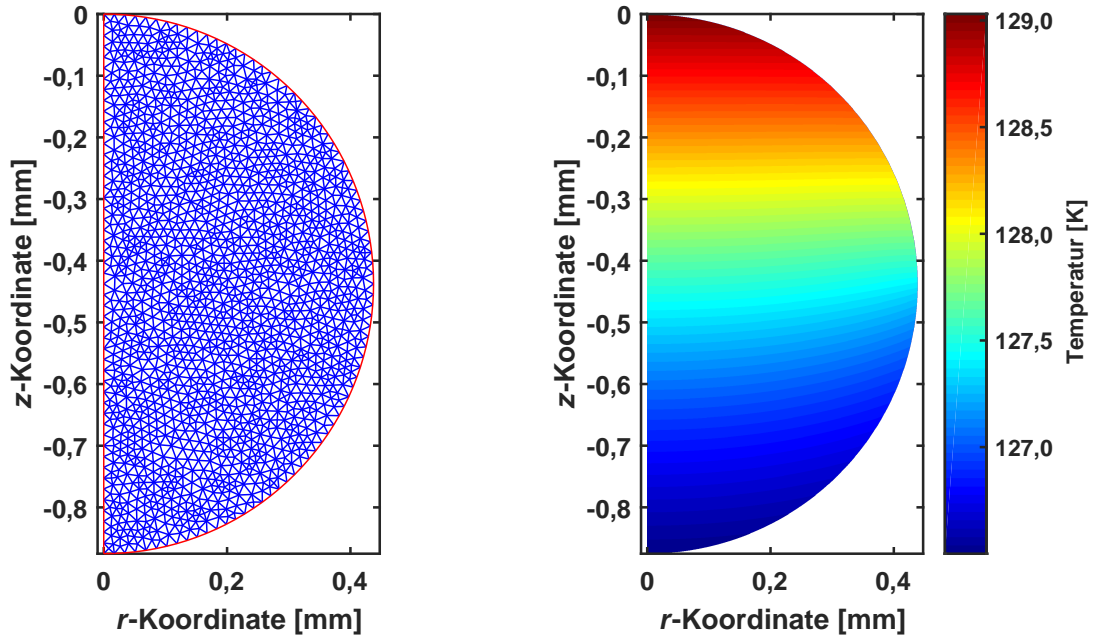


Abbildung 8.4: Links: FEM-Gitter mit dreieckigen Elementen zur Simulation des Wärmetransports im Kometen-Aggregat. Rechts: Modellierter Temperaturverteilung im Aggregat am Ende der ~ 28 -minütigen Erwärmung durch die Sonne für die als optimal gefundenen Parameter für den Aggregatradius von $R = 0,44$ mm und den Korrekturfaktor für die Solarkonstante von $f_{i\odot} = 0,16$. (Nach Blum et al. (2017))

der in Abbildung 8.4 (rechts) zu sehenden Temperaturverteilung an der Oberfläche der oberen Hälfte der Aggregatkugel ein mittlerer konstanter Temperaturwert in Abhängigkeit der zeitlichen Entwicklung bestimmt werden. Für die Berechnung eines Mittelwerts für die abgestrahlte zeitabhängige Oberflächentemperatur wurde folgende Gleichung verwendet

$$T_{\text{Kugeloberfläche}}(t) = \left(\frac{\sum d_i^2 T_i^4(t)}{\sum d_i^2} \right)^{1/4}. \quad (8.8)$$

Hierbei werden für diskrete Abstände d_i von der Symmetrieachse die entsprechenden Temperaturwerte $T_i = T(d_i)$ auf dem oberen Kreisbogen des zweidimensionalen Modells mit dem jeweiligen Abstand zum Quadrat gewichtet, um den realen Flächenanteil der einzelnen Temperaturwerte auf der dreidimensionalen Aggregatkugeloberfläche wiederzugeben. Der Mittelwert der Oberflächentemperaturen wird mit der vierten Potenz berechnet in Analogie zu der gemessenen Strahlungsleistung $\sim T^4$ (gemäß Stefan-Boltzmann-Gesetz) der IR-Sensoren von MUPUS-TM.

Um den Fall zu berücksichtigen, dass gegebenenfalls nur ein Bruchteil des Gesichtsfeldes von MUPUS-TM von der Sonnenstrahlung getroffen wurde, weil sich der Lander Philae möglicherweise während der Messung in einer Geländevertiefung und/oder sich das Gesichtsfeld von MUPUS-TM teilweise im Schatten befand, wurde

die modellierte Oberflächentemperatur für 67P nach folgender Gleichung berechnet

$$T_{\text{Modell}} = \left(f_s T_{\text{Kugeloberfläche}}^4 + (1 - f_s) T_0^4 \right)^{1/4}. \quad (8.9)$$

Der Faktor f_s gibt den Flächenanteil wieder, welcher von direktem Sonnenlicht getroffen wird. Die gesamte von MUPUS-TM gemessene Temperatur setzt sich somit aus der mit dem Flächenanteil f_s gewichteten Temperatur, welche durch Erwärmung von der Sonne stammt, und der Temperatur aus der Schattenregion (hier als T_0 angenommen), gewichtet mit dem restlichen Flächenanteil, zusammen. Die Addition beider Temperaturanteile wird analog zu Gleichung 8.8 mit der vierten Potenz der Temperaturen berechnet. Für den Fall, dass die Sonne das gesamte Gesichtsfeld von MUPUS-TM beleuchtet, gilt $f_s = 1$ und Gleichung 8.9 vereinfacht sich zu $T_{\text{Modell}} = T_{\text{Kugeloberfläche}}$. Die Modellierung wurde sowohl für $f_s = 1$ (für die **Fälle (a), (b), (e)**) durchgeführt als auch für den Fall, dass f_s ein konstanter, aber freier Parameter im Modell ist (**Fall (c)**). Die verschiedenen Konstellationen des FEM-Modells sind zusammen mit ihren Fall-Bezeichnungen in Tabelle 8.2 zur Übersicht aufgelistet.

Um eine zeitlich variable Zunahme der von der Sonnenstrahlung getroffenen Fläche zu berücksichtigen, wie sie aufgrund der Rotation des Kometen anzunehmen wäre, wurden FEM-Simulationen zusätzlich mit einem linear zeitabhängigen Flächenanteil $f_s = f_{s,0} + f_{s,1} t$ für Gleichung 8.9 durchgeführt (**Fall (d)**).

In einer Abwandlung des vorliegenden FEM-Modells (**Fall (e)**) soll die Gegenhypothese überprüft werden, dass die Oberfläche des Kometen 67P nicht aus größeren, annähernd kugelförmigen Agglomeraten besteht, die aus kleineren Einzelteilchen zusammengesetzt sind, sondern aus einer gleichmäßig porösen Lage von Einzelteilchen aufgebauten Struktur, welche einen Volumenfüllfaktor gleich dem der Aggregate von $\phi = 0,4$ hat. Das bisherige FEM-Modell wurde dafür so geändert, dass anstelle der einzelnen Aggregatkugel die Geometrie eines Zylinders verwendet wurde, der von oben auf der kreisförmigen Fläche von der Sonneneinstrahlung getroffen wird. Die Form des Zylinders ermöglicht die weitere Nutzung des bisherigen FEM-Modells mit nur wenigen Änderungen bezüglich der Grundgeometrie und Anpassung der Randbedingungen. Die Randbedingung an der Oberfläche des Zylinders wird aufgrund der fehlenden Oberflächenkrümmung nach Gleichung 8.6 ohne den Faktor $\cos \vartheta$ umgesetzt. Die Randbedingung für die Unterseite des Zylinders bleibt mit Gleichung 8.7 erhalten und der seitliche Zylinderrand wird mit der Bedingung $\mathbf{n} \cdot \mathbf{k}_{\text{eff}}(T) \nabla T = 0$ als thermisch isoliert implementiert. Die Höhe des Zylinders wurde gleich $H = 2R$ gewählt, mit R als charakteristischer Größe, um mit dem Radius der bisher modellierten Aggregatkugel vergleichbar zu sein. Wenn die Hypothese richtig wäre, dass der Komet nicht aus Aggregaten besteht, sondern aus einer gleichmäßig porösen Struktur, würde das Modell gute Übereinstimmung mit den Messungen für sehr große Werte von R liefern. Um eine ausgedehnte Oberflächenschicht des Kometen zu simulieren, müsste im Modell die horizontale Ausdehnung des Zylinders ebenfalls möglichst groß gewählt werden. Aufgrund der begrenzten Speicherkapazität des Rechners war dies nur mit einer starken Vergrößerung der Auflösung des Finite-Elemente-Gitters möglich. Vergleichende Testsimulationen haben jedoch gezeigt, dass wegen der Rotationssymmetrie bei dem vorliegenden Problem und der

Randbedingung von thermischer Isolation an dem seitlichen Außenrand des Zylinders, das Modellierungsergebnis für die mittlere Oberflächentemperatur des Kometen 67P identisch für unterschiedlich breite Zylinder ist. Im Grunde genommen könnte man das Problem sogar auf die Berechnung in einer Dimension entlang des senkrechten Temperaturgradienten beschränken. Um die Ergebnisse der Simulationen auf Basis des gleichen Modells vergleichen zu können, wurde die Modellierung der Staubschicht trotzdem in Form einer zweidimensionalen Berechnung anhand eines rotationssymmetrischen Zylinders durchgeführt. Dabei erfolgte die Modellierung bei gleicher Gitterauflösung wie bei den bisherigen Berechnungen der Aggregatkugel mit einem Zylinderdurchmesser von $2R$.

Tabelle 8.2: Fallunterscheidung der variierten Parameterkonstellationen bei der Modellierung der mit MUPUS-TM gemessenen Oberflächentemperatur von Komet 67P.

Fall	Geometrie	$T_{\text{Umgebung, innen}}$	f_s
a	Aggregatkugel	T_0	1
b	Aggregatkugel	von MUPUS-TM gemessene T -Kurve	1
c	Aggregatkugel	T_0	konst., aber frei
d	Aggregatkugel	T_0	$f_{s,0} + f_{s,1} t$
e	Zylinder	T_0	1

Der direkte Vergleich von zeitabhängiger Oberflächentemperatur aus Messung und Modellierung erfolgt über die Berechnung der mittleren quadratischen Abweichung zu diskreten Zeitpunkten t_j ($j = 1, \dots, N$) des Erwärmungszeitraums nach

$$\langle \Delta T^2 \rangle = \frac{\sum_{j=1}^N \left(T_{\text{Modell}}(t_j) - T_{\text{Messung}}(t_j) \right)^2}{N}. \quad (8.10)$$

Um die freien Parameter des Modells bestimmen zu können, welche zur bestmöglichen Übereinstimmung von Mess- und Modellierungsergebnissen führen, muss das Minimum für den Wert $\langle \Delta T^2 \rangle$ gefunden werden. Zur Minimierung von Gleichung 8.10 in Abhängigkeit der freien Modellparameter wird die Funktion *Fminsearch* von MATLAB (Version 2016b) verwendet, welche das Minimum einer Funktion mehrerer Variablen ohne Ableitungen bestimmt (nähere Erläuterungen zur *Fminsearch*-Funktion siehe Anhang A).

8.3 Modellierungsergebnisse und Diskussion

Als Ergebnis für die Suche nach den Parametern, welche die Funktion $\langle \Delta T^2 \rangle$ der Gleichung 8.10 minimiert, wurden für den **Fall (a)** die Werte $R = 0,44 \text{ mm}$ für den Aggregatradius und $f_{\odot} = 0,16$ für den Korrekturfaktor der Solarkonstanten gefunden. Der entsprechende Wert der mittleren quadratischen Abweichung der Oberflächentemperatur von Komet 67P aus Modell und Messung beläuft sich auf $\langle \Delta T^2 \rangle = 0,15 \text{ K}^2$. Für

diese Parameter ist in der Abbildung 8.6 (oben) der zeitliche Verlauf der Oberflächentemperatur von Komet 67P dargestellt in direktem Vergleich der Messergebnisse von MUPUS-TM (Kreuz-Symbole) und den Ergebnissen der Modellierung (durchgezogene Linie). Um zu überprüfen, ob die *Fminsearch*-Funktion tatsächlich in dem

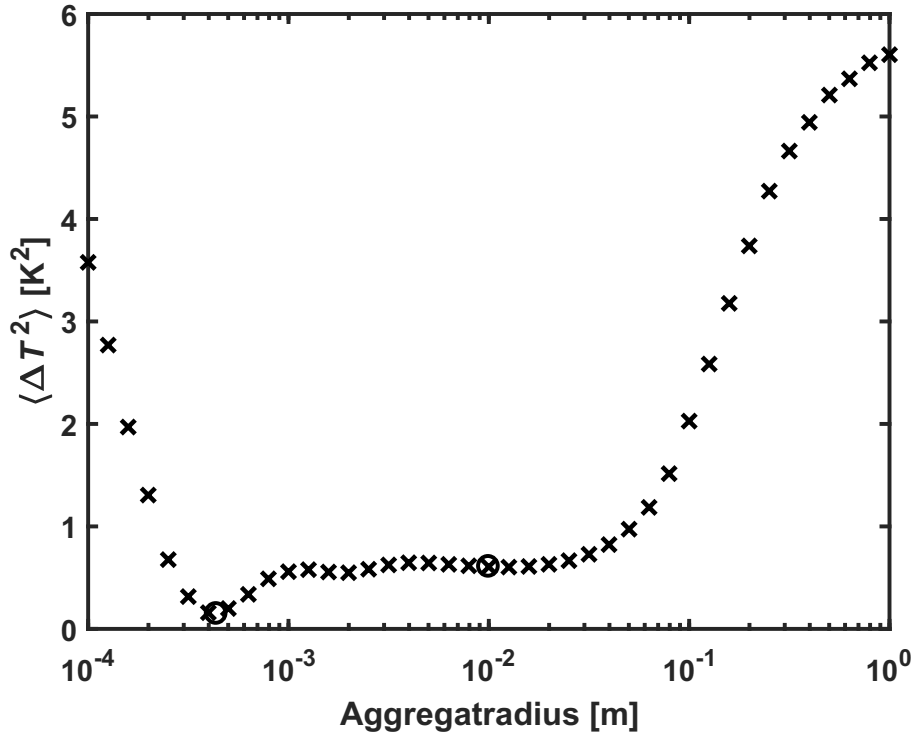


Abbildung 8.5: Mittlere quadratische Abweichung der Oberflächentemperatur von Komet 67P aus den Messungen von MUPUS-TM im Vergleich zu den Modellierungsergebnissen für verschiedene Aggregatradien. Der von der *Fminsearch*-Funktion von MATLAB als optimal passend identifizierte Aggregatradius $R = 0,44 \text{ mm}$ ist als Kreissymbol eingezeichnet. Die entsprechende modellierte Oberflächentemperatur in Abhängigkeit der Erwärmungszeit ist in Abbildung 8.6 (oben) zu sehen. Das zweite Kreissymbol bei dem Radius $R = 10 \text{ mm}$ weist auf die entsprechende Abbildung 8.6 (unten) hin, als qualitativer Vergleich der Ergebnisse für einen Aggregatradius, der zwar im globalen Minimum des Vergleichskriteriums liegt, aber nicht im absoluten. (Nach Blum et al. (2017))

genannten Wert für den Radius das absolute und nicht nur ein lokales Minimum gefunden hat, wurde die Modellierung mit fest vorgegebenem Radius R (mit Werten schrittweise von 10^{-4} m bis 1 m) und nur noch dem Solarkonstantenkorrekturfaktor f_{I_0} als freiem Parameter durchgeführt. In Abbildung 8.5 sind die resultierenden Werte für das Vergleichskriterium $\langle \Delta T^2 \rangle$ in Abhängigkeit des für die Modellierung vorgegebenen Aggregatradius dargestellt. Der bei $R = 0,44 \text{ mm}$ eingezeichnete Kreis zeigt die Position des mit der *Fminsearch*-Funktion als ideal passend gefundenen Aggregatradius an, welcher tatsächlich im absoluten Minimum der Vergleichsfunktion liegt. Wie man in Abbildung 8.5 sehen kann, befindet sich dieses absolute Minimum in einem globalen Minimum zwischen den Radien $R \approx 10^{-4} \text{ m}$ und $R \approx 2 \cdot 10^{-1} \text{ m}$ mit außerhalb davon steil ansteigenden Werten von $\langle \Delta T^2 \rangle$. Bis auf die Einbuchtung

im Bereich des gefundenen absoluten Minimums liegt der Wert von $\langle \Delta T^2 \rangle$ größtenteils bei $\sim 0,6 \text{ K}^2$, wie z.B. bei dem Radius $R = 10 \text{ mm}$ (zweites Kreis-Symbol in der Abbildung). Um eine vertrauensvolle Angabe machen zu können, welche Aggregatradien zu einer Minimierung der Vergleichsfunktion führen, sollte man die vom absoluten Minimum nicht stark abweichenden Werte des globalen Minimums mit einbeziehen. Um den Bereich der Aggregatradien, welche das globale Minimum bilden, eingrenzen zu können, wurde die Bedingung $\langle \Delta T^2 \rangle \lesssim 1 \text{ K}^2$ angewendet, mit der Begründung, dass die von MUPUS-TM gemessenen Temperaturen ungefähr um diesen Wert streuen. Das dementsprechende Konfidenzintervall für die Aggregatradien beläuft sich somit auf $R = 0,22 \text{ mm}$ bis $R = 55 \text{ mm}$. Um die Qualität dieses Ergebnisintervalls besser beurteilen zu können, ist in Abbildung 8.6 (unten) die zeitliche Entwicklung der Oberflächentemperatur von Komet 67P als Ergebnis der Modellierung (durchgezogene Linie) für den Radius $R = 10 \text{ mm}$ und einem als bestpassend gefundenen Korrekturfaktor der Solarkonstanten von $f_{I_\odot} = 0,23$ zusammen mit den gemessenen Werten von MUPUS-TM (Kreuz-Symbole) dargestellt. Vergleicht man das Maß der Übereinstimmung von Temperaturdaten aus Messung und Modell in den beiden Abbildungen 8.6 (oben) und (unten) miteinander, so kann man folgern, dass die Temperaturkurve in Abbildung 8.6 (oben) mit den Parametern des absoluten Minimums die charakteristische Form der mit MUPUS-TM gemessenen Temperaturdaten besser wiedergibt.

Bei der Modellierung von **Fall (b)**, die sich von der im vorherigen Absatz diskutierten nur dadurch unterscheidet, dass die Umgebungstemperatur $T_{\text{Umgebung, innen}}$ aus Gleichung 8.7 als gleich mit der zeitlichen Entwicklung der mit MUPUS-TM gemessenen Oberflächentemperatur des Kometen verwendet wird, ergeben sich als optimale Parameter für den Aggregatradius R und den Korrekturfaktor der Solarkonstanten f_{I_\odot} die gleichen Werte wie für **Fall (a)**. Die Übereinstimmung der Ergebnisse für beide Fälle ist damit zu erklären, dass der Temperaturunterschied von Aggregat zu der umliegenden Temperatur an der Agglomeratunterseite wesentlich kleiner ist als der an der Oberseite des Agglomerats hin zum Außenraum mit einer Temperatur von 0 K . Aufgrund des resultierenden höheren Temperaturgradienten an der Oberseite des Aggregats findet der dominierende Part von Wärmetransfer an der oberen Hälfte des Agglomerats statt bzw. nimmt nach unten hin ab, wodurch der geringe Temperaturunterschied an der Unterseite von maximal $\sim 10 \text{ K}$ im Vergleich der beiden Fälle kaum eine Rolle spielt.

Wird das FEM-Modell den Parameterkonstellationen von **Fall (c)** (siehe Tabelle 8.2) entsprechend mit dem zusätzlichen freien Parameter, dem von der Sonne getroffenen Flächenanteil f_S des Gesichtsfeldes von MUPUS-TM, gerechnet, so ergeben sich die gleichen Werte für den Aggregatradius und den Korrekturfaktor der Solarkonstante wie für **Fall (a)**. Für den Flächenanteil ergab die Suche nach dem optimal passenden Wert $f_S \approx 1$.

Bei einer erneuten Erweiterung der Anzahl der freien Parameter des FEM-Modells, um einen linear zeitabhängigen Flächenanteil, der von der Sonne beleuchtet wird, gemäß **Fall (d)** aus Tabelle 8.2 zu implementieren, führen die Werte $f_{S,0} \approx 1$ und $f_{S,1} \approx 1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \approx 0 \text{ s}^{-1}$ zu einer Minimierung der Funktion $\langle \Delta T^2 \rangle$. Da diese Werte in etwa den Modellparametern von **Fall (a)** entsprechen, ist es nicht verwunderlich, dass sich für die beiden anderen freien Modellparameter R und f_{I_\odot} ungefähr

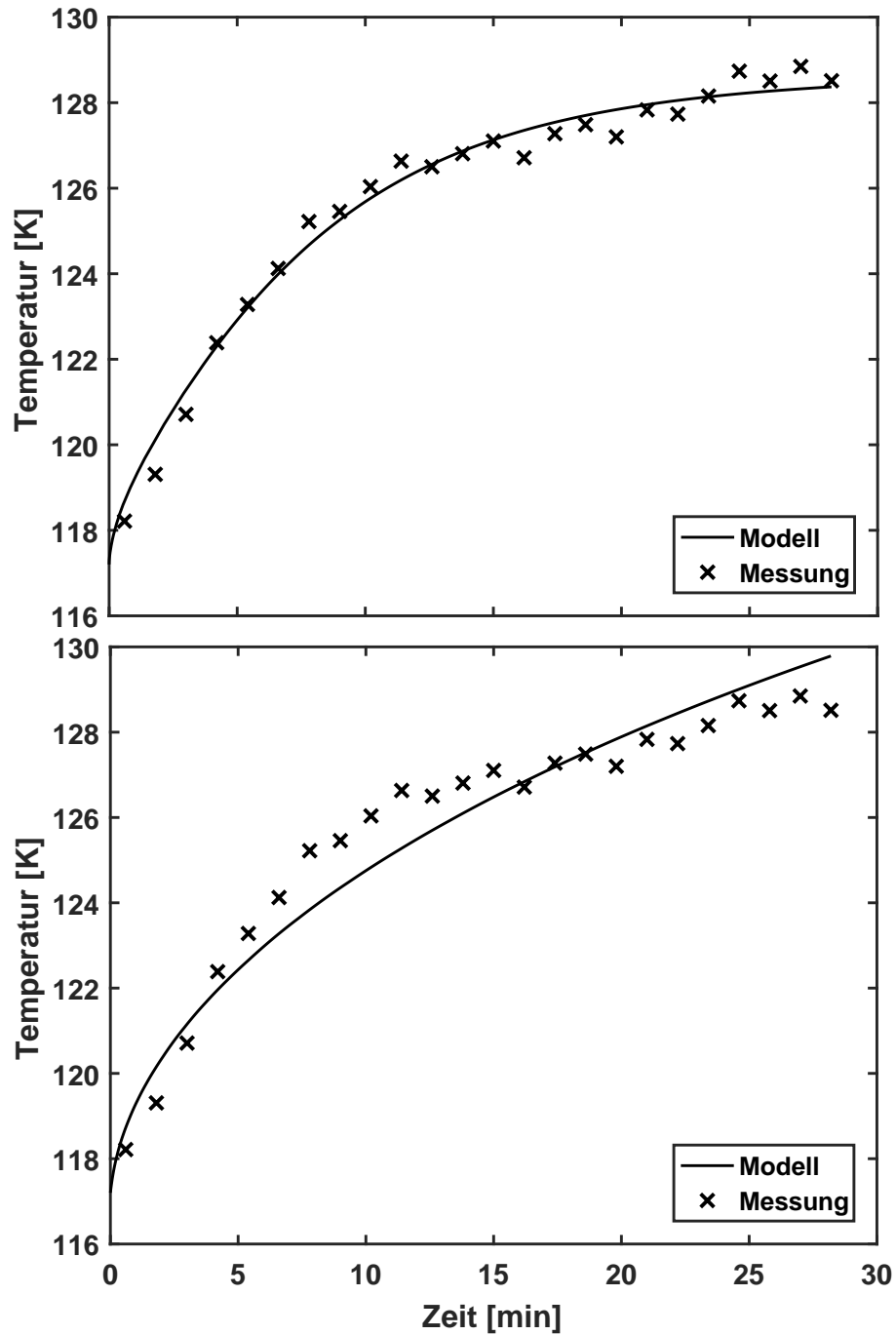


Abbildung 8.6: Vergleich der mit MUPUS-TM gemessenen (Kreuz-Symbole) und modellierten (durchgezogene Linie) Oberflächentemperatur von Komet 67P bei ~ 28 -minütiger Erwärmung durch die Sonne. Dargestellt sind die Ergebnisse der FEM-Modellierung für zwei unterschiedliche Aggregatradien, welche in Abbildung 8.5 als Kreise eingezeichnet sind. Oben: Zeitlicher Temperaturverlauf für den als bestpassend gefundenen Aggregatradius $R = 0,44$ mm. Unten: Temperaturentwicklung in Abhängigkeit der Erwärmungsdauer für einen Aggregatradius von $R = 10$ mm. (Nach Blum et al. (2017))

die gleichen Werte wie für **Fall (a)** als bestpassend erweisen.

Obwohl bei den Modellierungen in **Fall (c)** und **Fall (d)** jeweils ein freier Parameter hinzu gekommen ist, wurden die gleichen Ergebnisse für den Aggregatradius R und den Korrekturfaktor für die Solarkonstante $f_{l_{\odot}}$ gefunden wie schon in dem einfacheren Modell von **Fall (a)** bzw. **Fall (b)** mit nur zwei freien Parametern. Es wird somit bestätigt, dass die Abschätzung des Aggregatradius sich auf eine Größe von $R \approx 0,44 \text{ mm}$ beläuft, bzw. $R = 0,22 \text{ mm}$ bis $R = 55 \text{ mm}$ bei einer Abweichung der Temperatur mit einer Toleranzschwelle von $\langle \Delta T^2 \rangle \lesssim 1 \text{ K}^2$.

Für das Modell, in dem die Kometenoberfläche aus einer gleichmäßig porösen Schicht gebildet aus Einzelteilchen und nicht aus porösen Aggregatkugeln besteht, ergaben die Simulationen des Wärmetransports mit den Parametern von **Fall (e)** (siehe Tabelle 8.2) eine mittlere quadratische minimale Abweichung zwischen der von MUPUS-TM gemessenen und der modellierten Temperaturkurve wie sie in Abbildung 8.7 dargestellt ist. Die erzielten Werte für das Vergleichskriterium $\langle \Delta T^2 \rangle$ sind in der Abbildung gegen die halbe Schichtdicke für eine bessere Vergleichbarkeit mit dem Radius für das Modell der Aggregatkugel aufgetragen. Es zeigt sich eine ähnliche Form des Minimums wie für das Modell der Aggregatkugel (siehe Abb. 8.5), wobei sich der Bereich der als optimal passend gefundenen halben Schichtdicke zwischen $100 \text{ } \mu\text{m}$ bis 10 cm liegt. Außerhalb dieser Werte steigt die Abweichung in der Oberflächentemperatur zwischen Messung und Modell stark an. Dieses Ergebnis bestätigt zusätzlich die mithilfe der Simulationen des Wärmetransports von einer einzelnen Aggregatkugel ermittelte Größenordnung für die optimal passende Aggregatgröße.

Auf Basis verschiedener Messungen der Rosetta Mission konnten Blum et al. (2017) die Größe der Agglomerate, aus denen der Kometenkern von Tschurjumow-Gerassimenko aufgebaut sein soll, auf einen Größenbereich für den Radius von $\sim (3 - 6) \text{ mm}$ als minimale Schnittmenge aller durchgeführten Analysen eingrenzen. Die in den vorherigen Abschnitten dieser Arbeit beschriebene Modellierung des Wärmetransports in den Oberflächenschichten des Kometen 67P, in welche die Größe der Staubagglomerate maßgeblich eingeht, lieferte dabei einen Beitrag zur Einschränkung des Agglomeratradius auf einen Bereich von $0,22 \text{ mm}$ bis 55 mm .

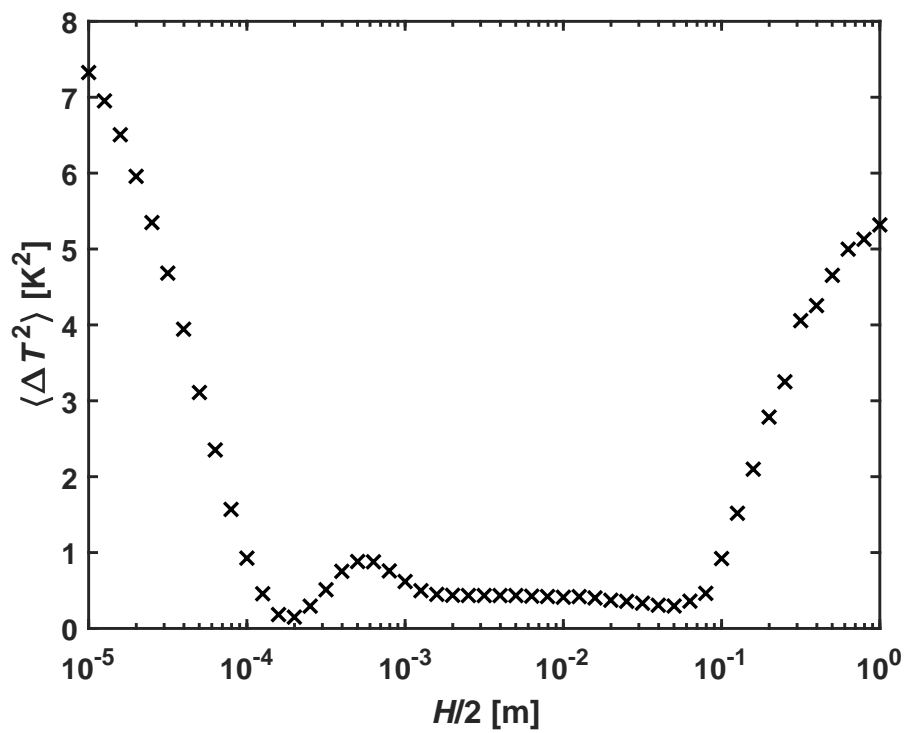


Abbildung 8.7: Darstellung der mittleren quadratischen Abweichung von der gemessenen und modellierten Oberflächentemperatur des Kometen 67P in Abhängigkeit der halben Schichtdicke.

9 Fazit und Ausblick

Um die Wärmeleitfähigkeit von fragilen porösen Staubproben, die aus einzelnen mikrometergroßen SiO_2 -Kugeln bestehen und als Planetesimalanalogue dienen, nicht-invasiv bestimmen zu können, wurde eine Methode verwendet, die sich aus der Kombination von experimentellen Messungen und numerischen Modellierungen zusammensetzt. In den Labormessungen wurde unter Vakuumbedingungen die Entwicklung der Oberflächentemperatur der Staubproben, welche mit einem Laser geheizt wurden, von einer Wärmebildkamera während der Aufheiz- und Abkühlphase gemessen. Derartige Messungen wurden an Staubproben mit unterschiedlichen Porositäten und Packungsstrukturen, welche durch die verschiedenen Herstellungsverfahren Pressen, Sieben und die RBD-Methode realisiert wurden, durchgeführt sowie zur Analyse des Einflusses von Sintern auf die Wärmeleitfähigkeit zusätzlich an gepressten Proben für unterschiedliche Sintergrade. In den entsprechenden Simulationsrechnungen wurde der bei den Messungen stattgefundene Wärmetransport in den Staubproben durch ein theoretisches Modell angenähert und die Wärmeleitungsgleichung inklusive Randbedingungen mit der FEM-Methode numerisch gelöst. Ziel der numerischen Modellierungen war durch Anpassung gewisser freier Modellparameter, u. a. der Wärmeleitfähigkeit, die modellierten Ergebnisse für die Probenoberflächentemperaturen zu einer bestmöglichen Übereinstimmung mit denen der experimentellen Messungen zu bringen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Modellierungsverfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der Proben angewendet, wobei die resultierenden Ergebnisse des Modellierungsverfahrens I beschränkt auf die ungesinterten Proben in Krause et al. (2011) bislang veröffentlicht wurden, aber das daraus weiterentwickelte Modellierungsverfahren II als Verbesserung angesehen werden kann, auf dessen Ergebnisse der Großteil der durchgeführten Datenanalysen mit Einbeziehung der gesinterten Proben basiert.

Quantitativ betrachtet ergeben sich für die SiO_2 -Proben bei einem Wärmeleitfähigkeitswert für das reine Festkörpermateriale von $1,4 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ für den Anteil des Wärmetransports durch Leitung Werte in der Größenordnung von $\sim (10^{-2} - 10^{-1}) \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ für den entsprechenden Volumenfüllfaktorbereich von $\sim (0,15 - 0,54)$ bzw. Koordinationszahlen von $\sim (1 - 5)$. Für den Wärmetransfer durch Strahlung lassen sich wegen der Temperaturabhängigkeit keine derartigen Werteangaben machen, bis auf die Aussagen, dass die Wärmestrahlung bei den gepressten Proben innerhalb der Messungen bis zu einer Maximaltemperatur von $\sim 450 \text{ K}$ einen verschwindend geringen, bei den RBD-Proben einen merklichen und bei den gesiebten Proben den überwiegenden Anteil an der gesamten Wärmeübertragung ausmacht.

Die resultierenden Werte für die in den porösen Staubproben wirkenden Wärmetransportmechanismen, Wärmeleitung und Wärmestrahlung, wurden separat von-

einander in Abhängigkeit verschiedener Parameter wie des Volumenfüllfaktors, der Koordinationszahl, der Partikelgröße und des Sintergrades untersucht. Anhand mehrerer Betrachtungen zeigte sich, dass die Koordinationszahl besser und eindeutiger als der Volumenfüllfaktor geeignet ist, um die charakteristische poröse Struktur der unterschiedlich hergestellten Staubproben zu beschreiben, insbesondere bei inhomogenen bzw. zusammengesetzten Porositäten wie bei den gesiebten Proben. Die einzeln ermittelten Erkenntnisse zu den speziellen Einflüssen auf den Wärmetransfer durch reine Leitung über die Partikelmatrix ließen sich zusammenführen zu einer gemeinsamen Gleichung, die aussagt, dass der Anteil der Wärmeleitung proportional zu dem Wärmeleitfähigkeitswert des Grundmaterials der Probe, der Koordinationszahl der Partikel sowie dem Verhältnis von Kontaktfläche zu Partikelquerschnittsfläche ist.

Aus der Analyse der Wärmestrahlung geht hervor, dass ihr Anteil am gesamten Wärmetransfer dominierend wirkt bei vielen und großen Hohlräumen, wie sie bei der hierarchisch aufgebauten Doppelporosität der gesiebten Proben vorlagen, und nicht generell erst bei hohen Temperaturen. Die starke Temperaturabhängigkeit mit der Temperatur zur dritten Potenz lässt sich durch einen Vorfaktor definieren, in den die Koordinationszahl der Einzelteilchen exponentiell eingeht. Es ist anzunehmen, dass dieser Vorfaktor, der in dieser Arbeit als effektive Strahlungslänge bezeichnet wurde, ebenfalls eine Abhängigkeit der Monomergröße beinhaltet, die von vielen Wissenschaftlern als proportional angenommen wird (siehe z. B. die Übersicht aus van Antwerpen et al. (2010)), was zukünftig genauer untersucht werden müsste.

Für die Bilanz der effektiven Wärmeleitfähigkeit k_{eff} , die sich additiv aus den Anteilen des Wärmetransports Wärmeleitung und Wärmestrahlung zusammensetzt, lassen sich die wesentlich beeinflussenden Parameter, die sowohl für eine Zunahme als auch für eine Abnahme sorgen, folgendermaßen zusammenfassen. Eine Verdichtung der Probe (beschreibbar durch den Volumenfüllfaktor oder die Koordinationszahl) führt durch die Zunahme der Kontaktanzahl zu einem Anstieg der Wärmeleitung, aber gleichzeitig zu einer Abnahme der Wärmestrahlung durch die Verkleinerung der Hohlräume. Mit zunehmender Monomergröße sinkt der Anteil der Wärmeleitung aufgrund kleiner werdender Kontaktflächen, aber der der Wärmestrahlung steigt wegen entsprechend größer werdender Zwischenräume. Zusätzlich bewirkt eine Temperaturzunahme einen starken Anstieg der Wärmeleitfähigkeit durch Wärmestrahlung. Diese größtenteils gegeneinander wirkenden Einflüsse bestimmen je nach vorliegender Wertekonstellation, welcher Wärmetransferprozess letztendlich dominiert.

Aufgrund der komplexen Abhängigkeiten der Wärmeleitfähigkeit von den unterschiedlichen in dieser Arbeit untersuchten Parametern wie Porosität, Koordinationszahl, Kontaktfläche, Partikelgröße und Temperatur, die teilweise gegensätzlich auf die bei der gesamten Wärmeübertragung beteiligten Prozesse Leitung und Strahlung wirken, ist Vorsicht geboten bei dem Versuch, eine generalisierte Aussage über die Wirkung nur eines einzeln betrachteten Parameters auf die effektive Wärmeleitfähigkeit treffen zu wollen sowie bei dem Vergleich von Wärmeleitfähigkeitswerten aus unterschiedlichen Quellen, bei denen entsprechende Parameterkonditionen nicht gleich oder gar unbekannt sind.

Um das Verständnis von der komplexen Parameterabhängigkeit der effektiven Wärmeleitfähigkeit von porösen protoplanetaren Staubproben zu erweitern, wären

zusätzliche systematische Messungen angebracht, die sich einzeln auf die Variation der Parameter wie Partikelgröße (monodispers je Probe), Partikelgrößenverteilung innerhalb der Probe und Partikelform konzentrieren.

Der Einfluss des Sinterverhaltens auf die Wärmeleitfähigkeit wurde anhand einiger Exemplare der gepressten Probenart untersucht, die bei den drei Temperaturen $T_1 \approx 1323 \text{ K}$, $T_2 \approx 1373 \text{ K}$ und $T_3 \approx 1423 \text{ K}$ für jeweils 10 h geheizt wurden. Um das Maß für den Sintergrad als Verhältnis des Sinterhalsradius zu Partikelradius bestimmen zu können, wurden diese Werte mithilfe von REM-Untersuchungen ermittelt. Aus der Abhängigkeit des Verhältniswertes von Sinterhalsradius zu Partikelradius lässt sich folgern, dass der dominierende Sinterprozess im Falle der SiO_2 -Proben durch Massentransport aus dem Teilchenvolumen, genauer durch viskoses Fließen, verursacht wird, der einhergeht mit einem leichten Schrumpfen der Probe.

Die Ergebnisse für die in dieser Arbeit angewendeten Methode zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit liefern für die gesinterten gepressten Proben einen Werteanstieg in Abhängigkeit des Sintergrades. Es wurde ein vereinfachtes theoretisches Modell entwickelt, um den Wärmetransport mit dem Prinzip einer Reihenschaltung von thermischen Widerständen für den leitenden Anteil eines einzelnen Kontakts zweier sich berührender Kugeln zu beschreiben. Für die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der größer werdenden Kontaktfläche der Kugeln durch den Sinterprozess konnte eine analytische Lösung gefunden werden, die mit Anpassung eines Vorfaktors den charakteristischen Kurvenverlauf der vom Sintergrad abhängig dargestellten gemessenen Wärmeleitfähigkeit sehr gut wiedergibt. Um den Vorfaktor mit physikalischen Gesetzmäßigkeiten genauer definieren bzw. in ihm gefundene Parameterabhängigkeiten einbinden zu können, müssten zusätzliche Messungen für Proben mit verschiedenen, idealerweise wohldefinierten, Packungsstrukturen analysiert werden. Da sich während des Sinterns gleichzeitig viele Parameter, wie Kontaktflächengröße, Größe der Partikel, Partikelabstände, Größe der Hohlräume, Anzahl der Kontakte, ändern können, die sowohl die Wärmeleitung als auch die Wärmestrahlung definieren, sollte bei zukünftigen Messungen darauf geachtet werden, diese Effekte möglichst separat voneinander zu untersuchen. Ebenfalls müssten diese sich dynamisch ändernden Größen in Modellen zur Beschreibung der Entwicklung von Planetesimalen, die internes Heizen durch radioaktiven Zerfall von Isotopen und damit die Möglichkeit zum Sintern beinhalten, berücksichtigt werden.

Die Erfahrungen und Erkenntnisse im Bereich der numerischen Modellierung von Wärmetransport in porösen Medien konnten zudem für die Berechnung der Oberflächentemperatur des Kometen 67P/Tschurjumow-Gerassimenko angewendet werden. Es wurde ein thermophysikalisches Modell entwickelt, was sich auf die Berechnung des Wärmetransfers eines einzelnen repräsentativen porösen Aggregats der obersten Staubschichten des Kometenkerns vereinfachen ließ, mit dem die im Rahmen der Rosetta Mission von dem IR-Radiometer MUPUS-TM des Landers Philae gemessene Oberflächentemperatur numerisch simuliert und erfolgreich nachvollzogen werden konnte. Ziel der durchgeführten Wärmetransportberechnungen war, mit der Aggregatgröße als freiem Modellparameter, den optimalen Wert für den Aggregatradius herauszufinden, der zu einer bestmöglichen Übereinstimmung der Modellierungs-

ergebnisse mit den gemessenen Temperaturdaten führt. Durch Berücksichtigung verschiedener Grenzfälle für das angewendete vereinfachte Wärmetransportmodell konnte resultierend der Größenbereich für den Aggregatradius auf $\sim (0,22 - 55) \text{ mm}$ bestimmt werden. Dieses Ergebnis wurde von Blum et al. (2017) verwendet, um mithilfe weiterer Analysen auf Basis verschiedenster Messungen aus der Rosetta Mission die Größe der Aggregate, aus denen der Kometenkern 67P aufgebaut ist, insgesamt auf einen Bereich von $\sim (3 - 6) \text{ mm}$ für den Radius einschränken zu können. Dieser ermittelte Wertebereich für die Aggregatgröße liefert einen wichtigen Beitrag zur Unterstützung der Hypothese von Blum et al. (2017), dass sich der Komet 67P durch sanften gravitativen Kollaps einer gebundenen Anhäufung millimetergroßer Staub-Eis-Agglomerate (im Englischen als „pebbles“ bezeichnet) gebildet haben könnte.

Anhang

A Fminsearch-Funktion von MATLAB

Um das Minimum einer mathematischen Funktion f in Abhängigkeit von mehreren Variablen x_1, x_2, \dots, x_n zu finden

$$\min_{x_1, x_2, \dots, x_n} f(x_1, x_2, \dots, x_n), \quad (9.1)$$

lässt sich in MATLAB die Funktion *Fminsearch* (MATLAB-Hilfe-Dokumentation zur Funktion *Fminsearch* (Version 2016b)) verwenden. Hierzu ist die Angabe von Startwerten $x_{1,0}, x_{2,0}, \dots, x_{n,0}$ für die Variablen nötig, wobei eine Einschränkung in einem Wertebereich für die einzelnen Variablen nicht möglich ist. Als Ausgabe der Funktion *Fminsearch* erhält man die Werte für die Variablen x_1, x_2, \dots, x_n , welche für die Funktion f in der Nähe der Variablenstartwerte ein lokales Minimum ergeben.

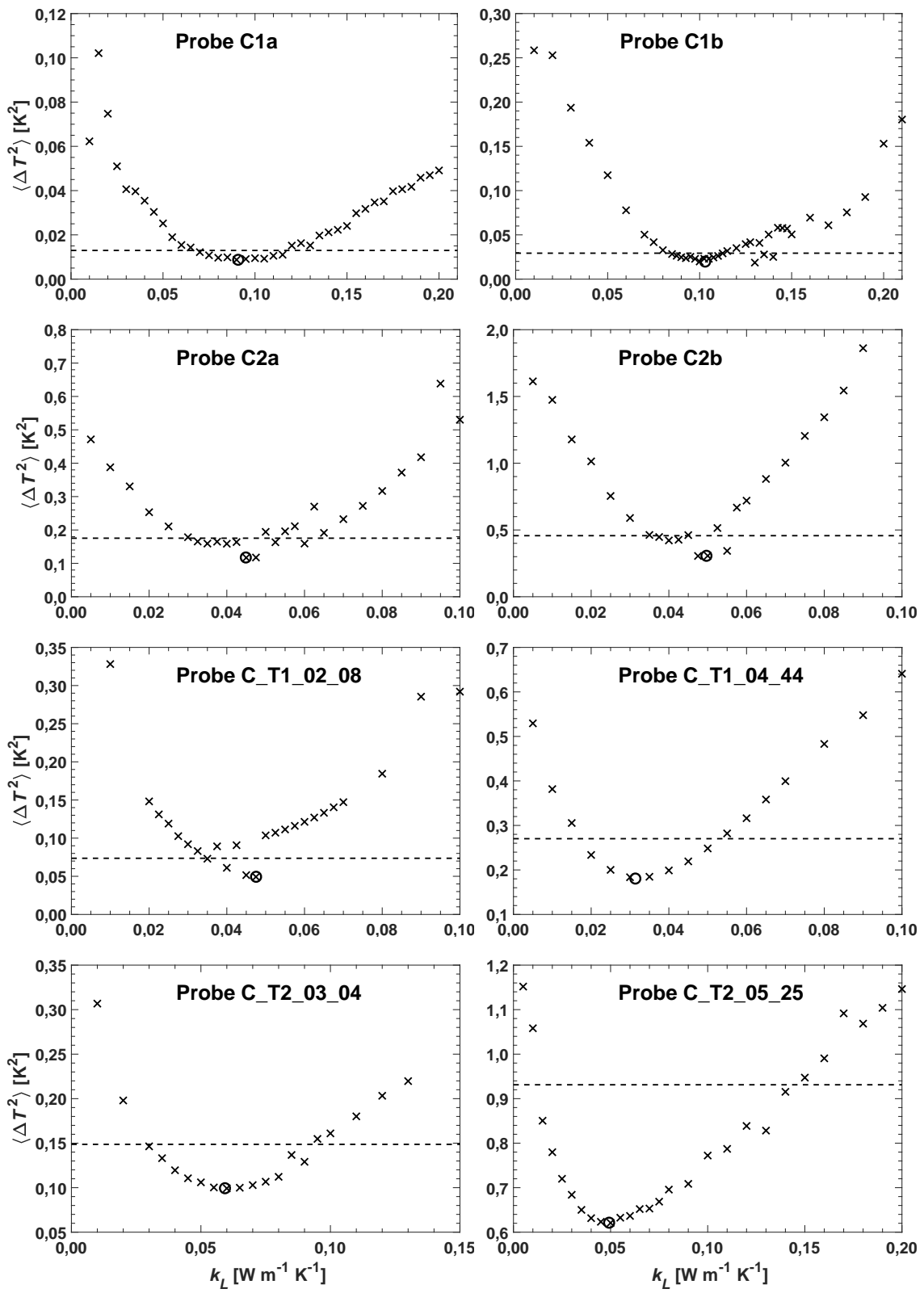
Für die Suche nach den optimalen Variablen zur Erzeugung eines Minimums der Funktion f verwendet *Fminsearch* den sogenannten Nelder-Mead-Simplex-Algorithmus nach Lagarias et al. (1998). Bei einer Anzahl von n Variablen, wird ein n -dimensionaler Simplex (auch Polytop oder Hypertetraeder genannt) mit $n+1$ Ecken verwendet. Ein Eckpunkt wird dabei durch die Startwerte $x_{1,0}, x_{2,0}, \dots, x_{n,0}$ gebildet und die anderen n Eckpunkte dadurch erzeugt, dass 5 % des Startwertes auf jeweils eine Variable des Variablensets aufaddiert wird. In dem *Fminsearch*-Algorithmus wird in mehreren Iterationsschritten die Qualität der Funktionsergebnisse für die alternativen Variablenwerte aller Eckpunkte des Simplex verglichen, nach bestimmten Kriterien beurteilt, dementsprechend neue Eckpunkte erzeugt und letztendlich nach einem bestimmten Kriterium die Suche beendet.

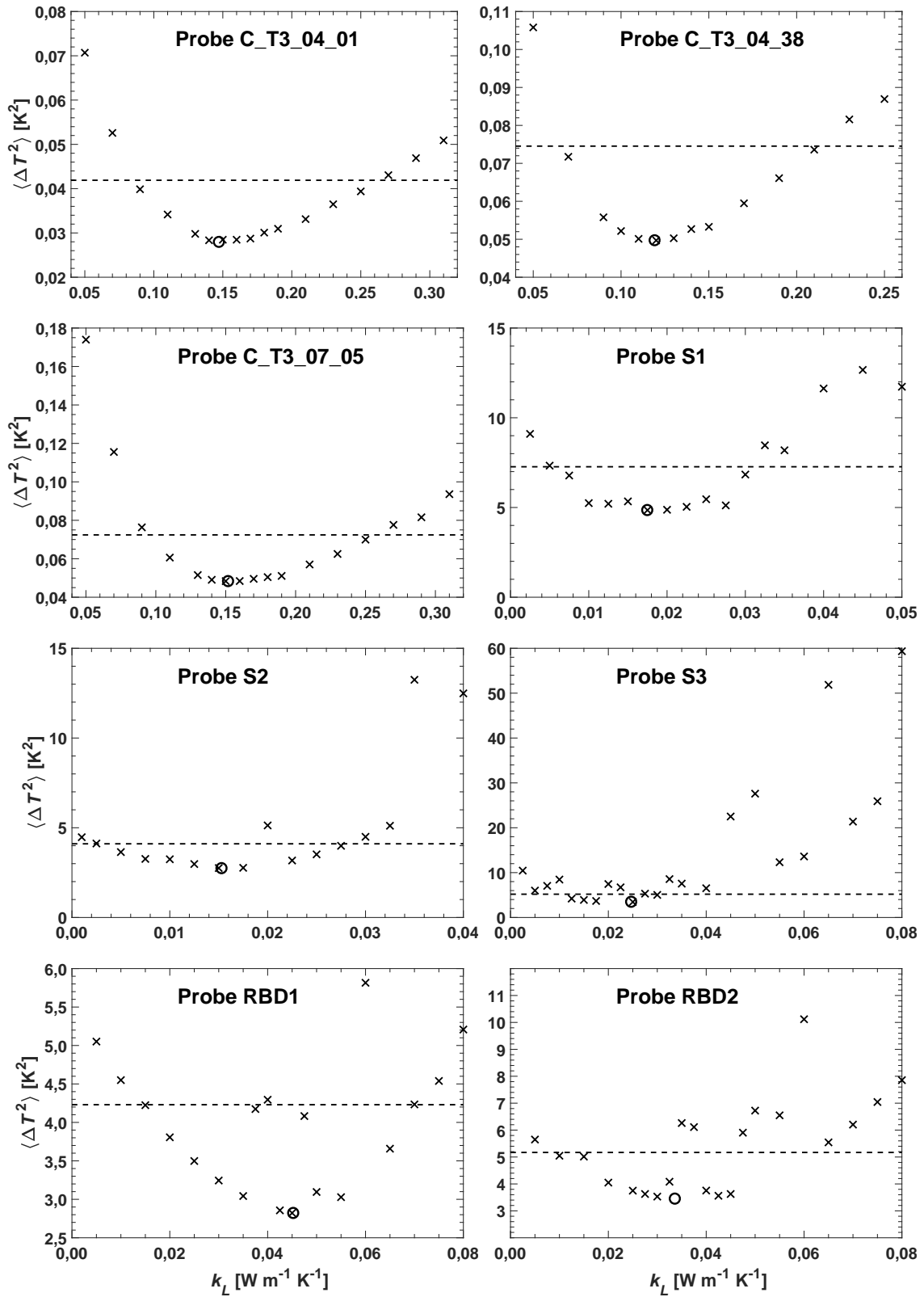
Die Nelder-Mead-Methode ist eine direkte Such-Methode, die ohne Ableitungen der Funktion nach den Variablen auskommt. Nachteil der Methode ist, dass sie je nach Definition der Abbruchkriterien gegebenenfalls nur ein lokales Minimum der Funktion f in der Nähe der Variablenstartwerte findet und nicht ein absolutes. Die Wahl der Startwerte für die Variablen kann demnach sehr entscheidend für den Erfolg bei der Suche nach dem absoluten Funktionsminimum sein.

B Abbildungen zu Kapitel 4.5

B.1 Vergleichskriterium in Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit

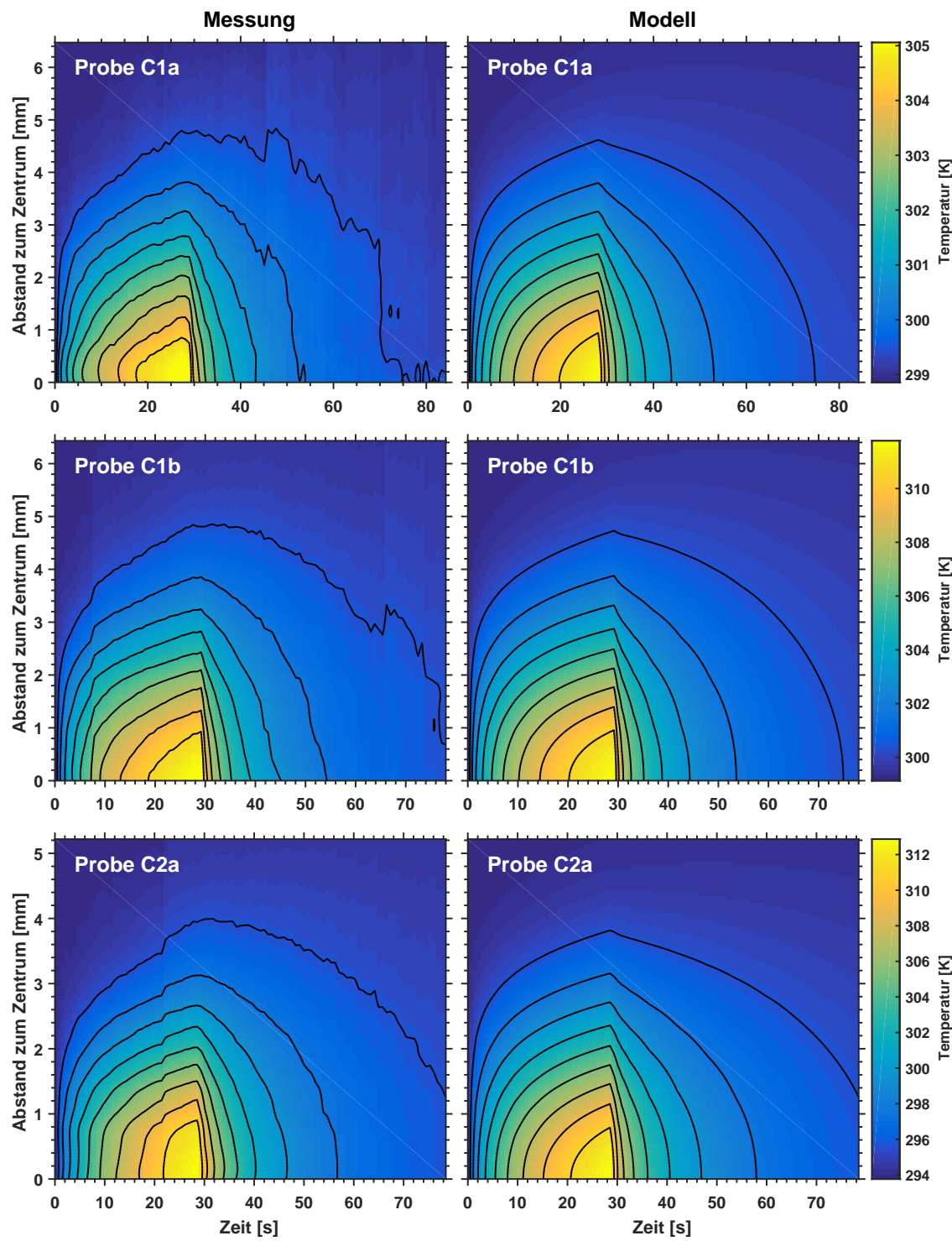
Folgend sind die Werte des Vergleichskriteriums $\langle \Delta T^2 \rangle$ (Definition siehe Gleichung 4.14) als Maß für die Abweichung der Temperaturdaten aus Messung und Modellierung in Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit k_L für alle mit dem Modellierungsverfahren II bearbeiteten Staubproben abgebildet. Dargestellt sind als Kreuz-Symbole die Zwischenergebnisse des Optimierungsverfahren zur Suche nach dem absoluten Minimum der Vergleichsfunktion in Abhängigkeit aller freien Modellparameter, wobei das Endergebnis der Suche mit einem Kreis-Symbol gekennzeichnet ist. Die gestrichelte Linie, welche dem 1,5-fachen Wert des absoluten Minimums von $\langle \Delta T^2 \rangle$ entspricht, definiert an den Stellen der Schnittpunkte mit den als Kreuze symbolisierten Kurve die Unsicherheit für die Wärmeleitfähigkeit k_L in Form eines Konfidenzintervalls KI (siehe Tabelle 4.2).

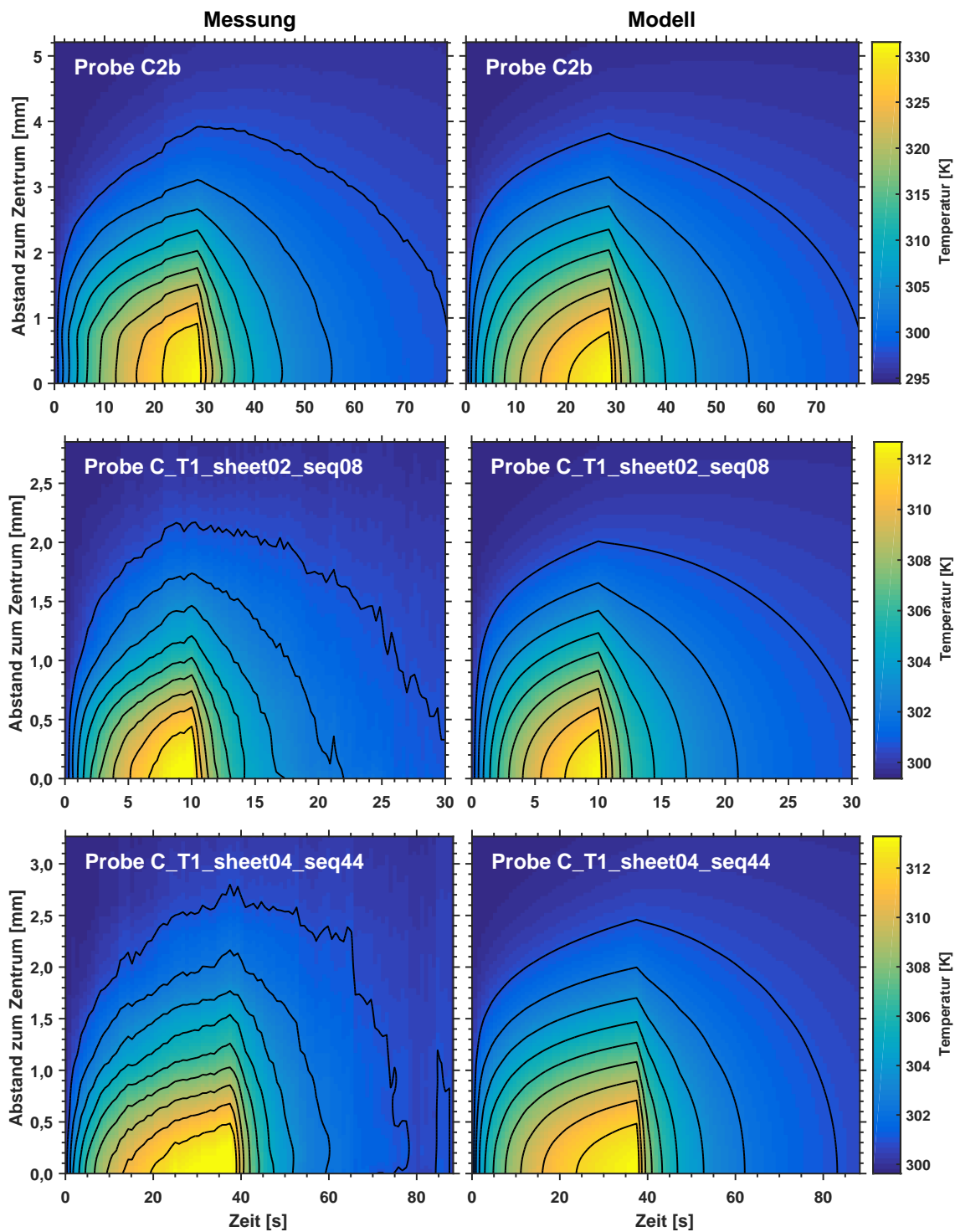


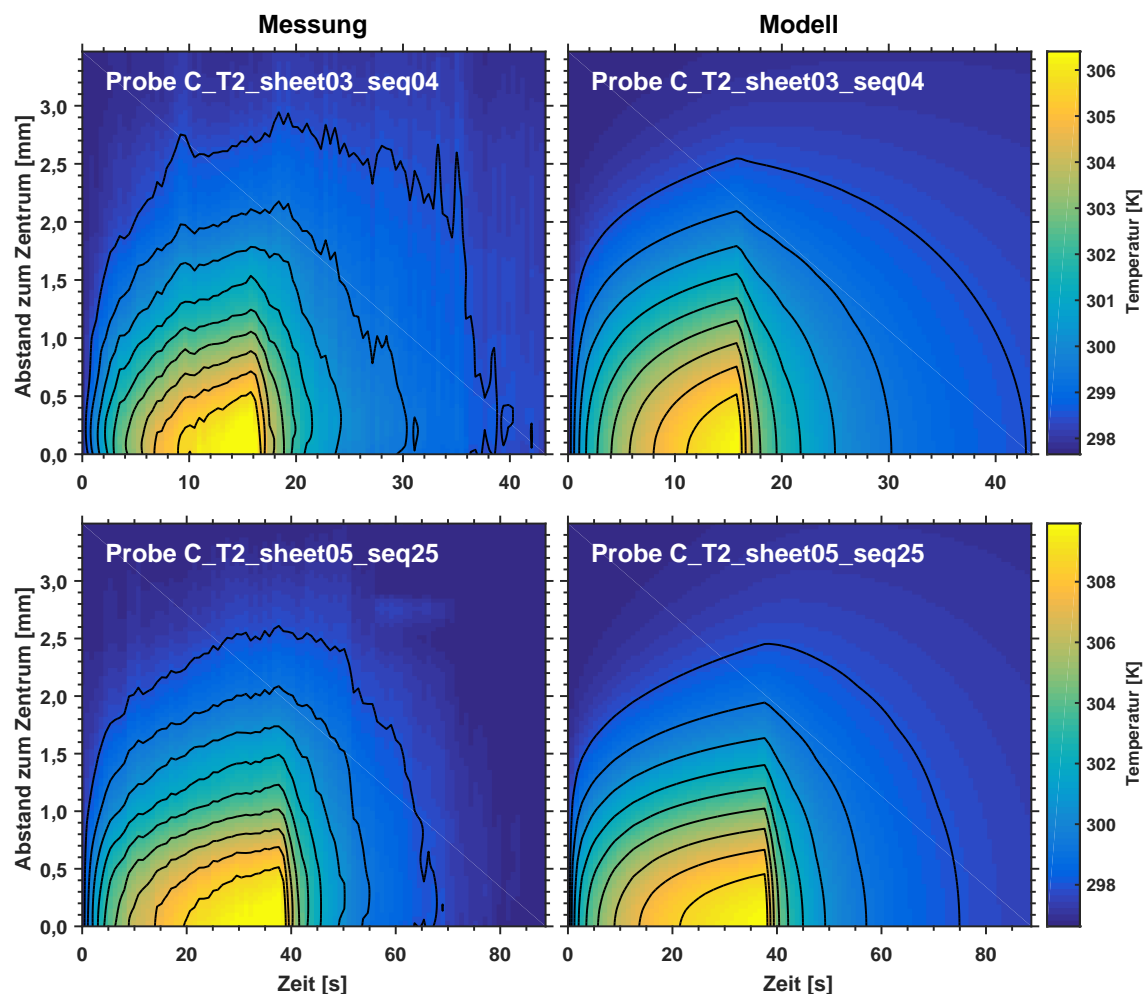


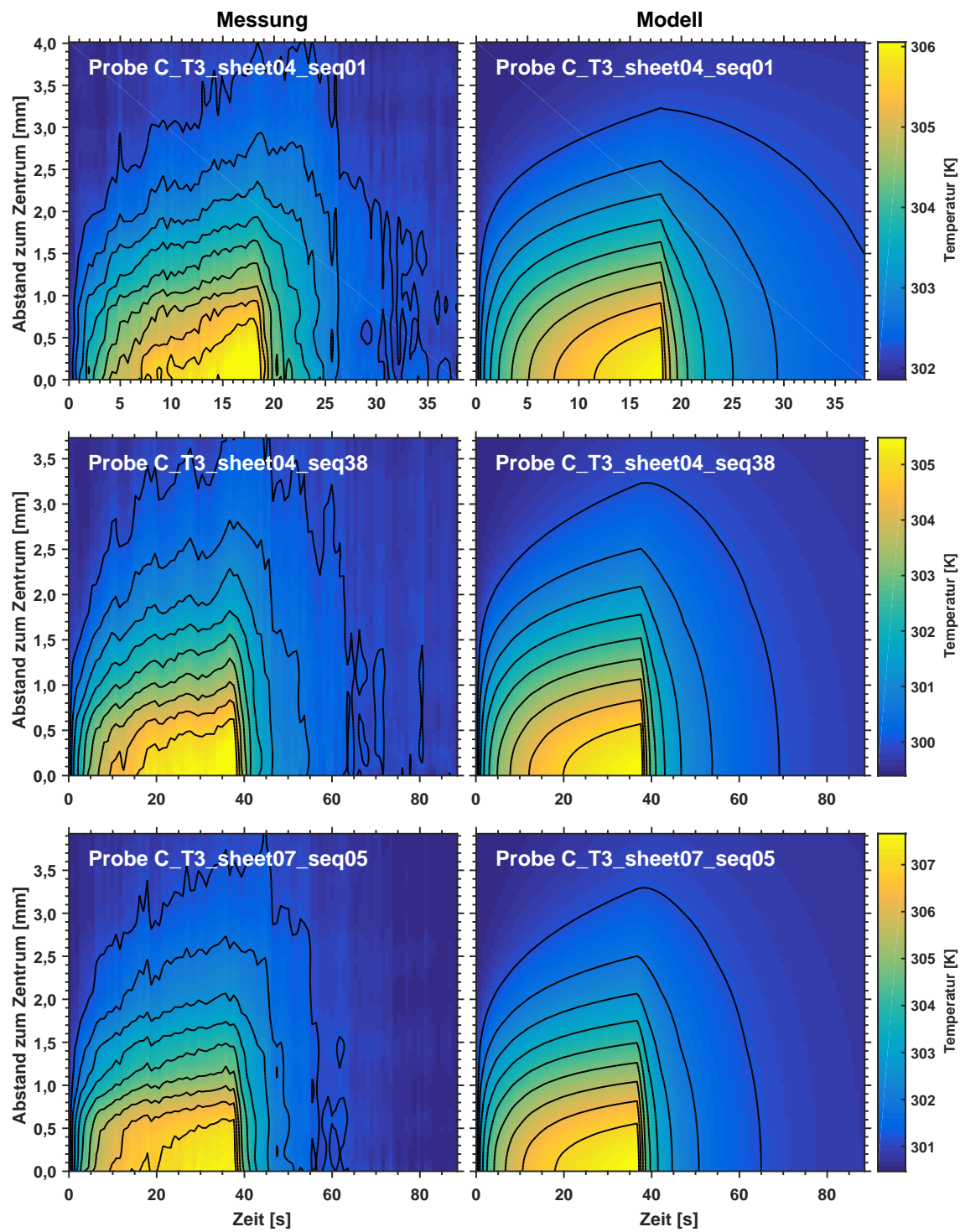
B.2 Temperaturverteilungen aus Messungen und Modellierungen

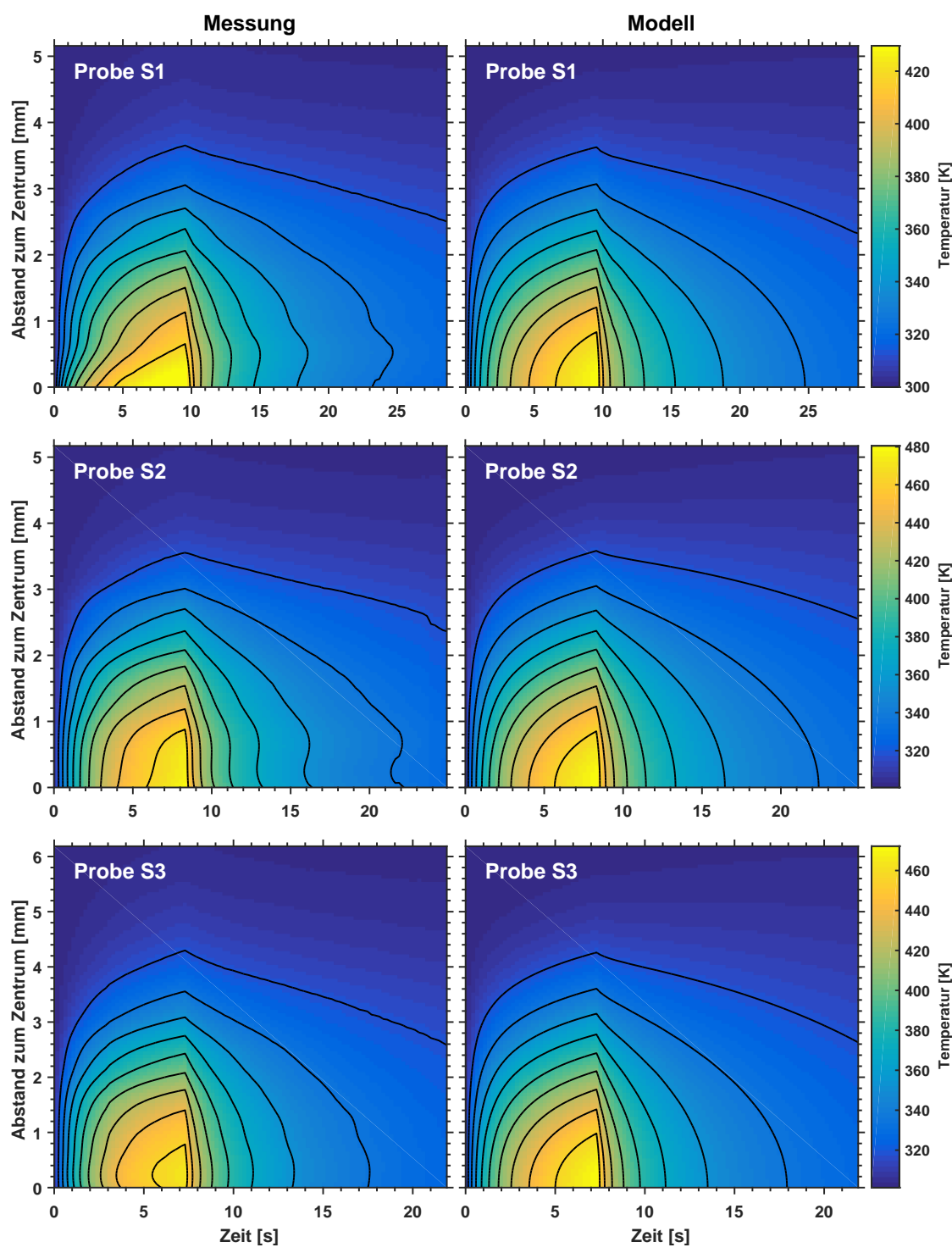
In den folgenden Abbildungen ist die zeitliche und räumliche, vom Heizzentrum des Lasers aus betrachtet, Temperaturentwicklung für die Heiz- und Abkühlphase aller mit dem Modellierungsverfahren II simulierten Staubproben dargestellt. Die jeweils linke Abbildung zeigt das Ergebnis der Messungen mit der Wärmebildkamera und die rechte Abbildung das Modellierungsergebnis für die Werte der an den Messergebnissen orientiert angepassten freien Modellparameter aus Tabelle 4.2. Die zusätzlich eingezeichneten schwarzen Konturlinien haben als Isothermen untereinander einen äquidistanten Temperaturabstand von $1/10$ der Spanne der Temperaturskala.

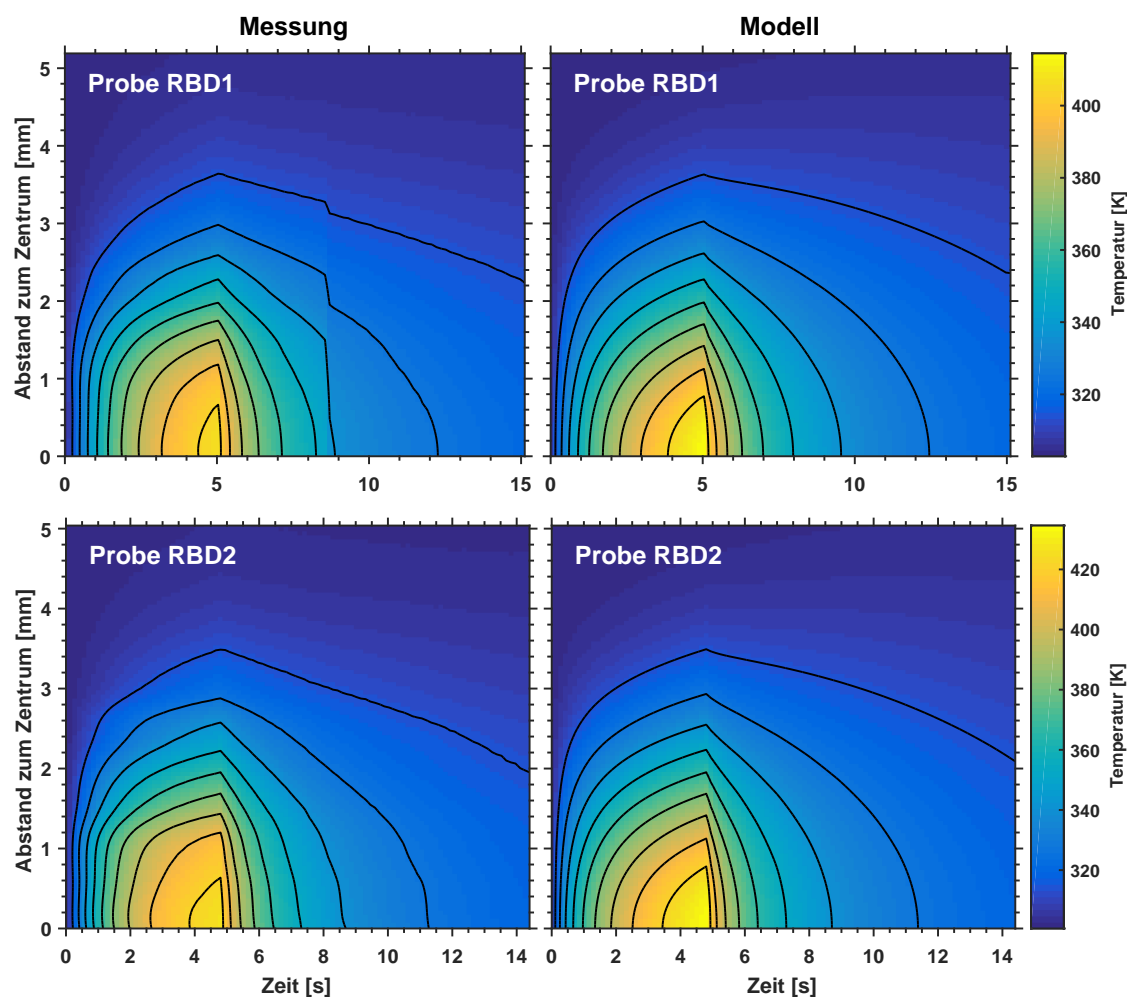












Literaturverzeichnis

- Baehr, H. D., Stephan, K., 2013, Wärme- und Stoffübertragung, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, ISBN 978-3-642-36557-7
- Blum, J., 2018, Dust evolution in protoplanetary discs and the formation of planetesimals, *Space Science Reviews*, 214, 52, ISSN 1572-9672
- Blum, J., Schräpler, R., 2004, Structure and Mechanical Properties of High-Porosity Macroscopic Agglomerates Formed by Random Ballistic Deposition, *Physical Review Letters*, 93, 115 503
- Blum, J., Wurm, G., 2008, The Growth Mechanisms of Macroscopic Bodies in Protoplanetary Disks, *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, 46, 21–56
- Blum, J., Schräpler, R., Davidsson, B. J. R., Trigo-Rodríguez, J. M., 2006, The Physics of Protoplanetary Dust Agglomerates. I. Mechanical Properties and Relations to Primitive Bodies in the Solar System, *The Astrophysical Journal*, 652, 1768–1781
- Blum, J., Gundlach, B., Krause, M., Fulle, M., Johansen, A., Agarwal, J., von Borstel, I., Shi, X., Hu, X., Bentley, M. S., Capaccioni, F., Colangeli, L., Della Corte, V., Fougere, N., Green, S. F., Ivanovski, S., Mannel, T., Merouane, S., Migliorini, A., Rotundi, A., Schmied, R., Snodgrass, C., 2017, Evidence for the formation of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko through gravitational collapse of a bound clump of pebbles, *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 469, S755–S773
- Brush, S. G., 1978, A geologist among astronomers: The rise and fall of the chamberlin-moulton cosmogony, part 1, *Journal for the History of Astronomy*, 9, 1–41
- Chan, C., Tien, C., 1973, Conductance of packed spheres in vacuum, *Journal of Heat Transfer*, 95, 302–308
- Chen, J. C., Churchill, S. W., 1963, Radiant heat transfer in packed beds, *AIChE Journal*, 9, 35–41
- Chung, Y., 2006, Introduction to Materials Science and Engineering, CRC Press, ISBN 9781420009057

- Collishaw, P., Evans, J., 1994, An assessment of expressions for the apparent thermal conductivity of cellular materials, *Journal of materials science*, 29, 486–498
- De Jonghe, L. C., Rahaman, M. N., 2003, 4.1 Sintering of Ceramics, *Handbook of Advanced Ceramics: Materials, Applications, Processing and Properties*, 2, 187
- Fornasier, S., Hasselmann, P., Barucci, M., Feller, C., Besse, S., Leyrat, C., Lara, L., Gutierrez, P. J., Ockay, N., Tubiana, C., et al., 2015, Spectrophotometric properties of the nucleus of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko from the OSIRIS instrument onboard the ROSETTA spacecraft, *Astronomy & Astrophysics*, 583, A30
- Gail, H.-P., Tieloff, M., 2018, Thermal evolution and sintering of chondritic planetesimals IV. Temperature dependence of heat conductivity of asteroids and meteorites, *arXiv preprint arXiv:1804.00574*
- Gail, H.-P., Henke, S., Tieloff, M., 2015, Thermal evolution and sintering of chondritic planetesimals-II. Improved treatment of the compaction process, *Astronomy & Astrophysics*, 576, A60
- German, R. M., 1996, *Sintering Theory and Practice*, Wiley
- Gundlach, B., Blum, J., 2012, Outgassing of icy bodies in the solar system-ii: Heat transport in dry, porous surface dust layers, *Icarus*, 219, 618–629
- Güttler, C., Blum, J., Zsom, A., Ormel, C. W., Dullemond, C. P., 2010, The outcome of protoplanetary dust growth: pebbles, boulders, or planetesimals?. I. Mapping the zoo of laboratory collision experiments, *Astronomy and Astrophysics*, 513, A56
- Heim, L.-O., Blum, J., Preuss, M., Butt, H.-J., 1999, Adhesion and Friction Forces between Spherical Micrometer-Sized Particles, *Physical Review Letters*, 83, 3328–3331
- Henke, S., Gail, H.-P., Tieloff, M., Schwarz, W. H., Kleine, T., 2012, Thermal evolution and sintering of chondritic planetesimals, *Astronomy & Astrophysics*, 537, A45
- Henke, S., Gail, H.-P., Tieloff, M., 2016, Thermal evolution and sintering of chondritic planetesimals-III. Modelling the heat conductivity of porous chondrite material, *Astronomy & Astrophysics*, 589, A41
- Höpe, A., Hauer, K.-O., 2010, Three-dimensional appearance characterization of diffusive standard reflection materials, *Metrologia*, 47, 295–304
- Hsu, C. T., Cheng, P., Wong, K. W., 1995, A lumped-parameter model for stagnant thermal conductivity of spatially periodic porous media, *ASME Journal of Heat Transfer*, 117, 264–269

- Huetter, E. S., Koemle, N. I., 2008, Determination of the radiative contribution to the thermal conductivity to the effective thermal conductivity of a granular medium under vacuum conditions, 5th European Thermal-Sciences Conference, Eindhoven Univ. of Technol., The Netherlands
- Huetter, E. S., Koemle, N. I., Kargl, G., Kaufmann, E., 2008, Determination of the effective thermal conductivity of granular materials under varying pressure conditions, *Journal of Geophysical Research (Planets)*, 113, E12004
- Johnson, K. L., Kendall, K., Roberts, A. D., 1971, Surface Energy and the Contact of Elastic Solids, *Royal Society of London Proceedings Series A*, 324, 301–313
- Kaviany, M., 1995, *Principles of Heat Transfer in Porous Media*, Springer, New York, 2. Auflage
- Kittel, C., 1999, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg München, 12. Auflage
- Koglin, B., 1967, *Der Wärmetransport in Schaumstoffen*, Dissertation, Techn. Univ. Berlin
- Krause, M., Blum, J., 2004, Growth and Form of Planetary Seedlings: Results from a Sounding Rocket Microgravity Aggregation Experiment, *Physical Review Letters*, 93, 021 103
- Krause, M., Blum, J., Skorov, Y., Tieloff, M., 2011, Thermal conductivity measurements of porous dust aggregates: I. technique, model and first results, *Icarus*, 214, 286 – 296, ISSN 0019-1035
- Kührt, E., Keller, H. U., Lorenz, E., 1995, Interpretation of surface temperatures and activity of KOSI samples, *Planetary and Space Science*, 43, 333–340
- Lagarias, J. C., Reeds, J. A., Wright, M. H., Wright, P. E., 1998, Convergence properties of the Nelder–Mead simplex method in low dimensions, *SIAM Journal on optimization*, 9, 112–147
- Masamune, S., Smith, J. M., 1963, Thermal conductivity of beds of spherical particles, *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals*, 2, 136–143
- MATLAB-Hilfe-Dokumentation zur Funktion Fminsearch (Version 2016b), <https://de.mathworks.com/help/matlab/ref/fminsearch.html>
- Merrill, R. B., 1969, Thermal conduction through an evacuated idealized powder over the temperature range of 100° to 500° K, NASA Technical Note, D-5063
- Mottola, S., Lowry, S., Snodgrass, C., Lamy, P., Toth, I., Rožek, A., Sierks, H., A’Hearn, M., Angrilli, F., Barbieri, C., et al., 2014, The rotation state of 67P/Churyumov-Gerasimenko from approach observations with the OSIRIS cameras on Rosetta, *Astronomy & Astrophysics*, 569, L2

- Ojovan, M. I., 2009, Viscosity and glass transition in amorphous oxides, *Advances in Condensed Matter Physics*, 2008
- Pfalzner, S., Davies, M. B., Gounelle, M., Johansen, A., Mürker, C., Lacerda, P., Portegies Zwart, S., Testi, L., Tieloff, M., Veras, D., 2015, The formation of the solar system, *Physica Scripta*, 90, 068 001
- Poppe, T., 2003, Sintering of highly porous silica-particle samples: analogues of early solar-system aggregates, *Icarus*, 164, 139–148
- Progelhof, R. C., Throne, J. L., Ruetsch, R. R., 1976, Methods for predicting the thermal conductivity of composite systems: A review, *Polymer Engineering & Science*, 16, 615–625, ISSN 1548-2634
- Sakatani, N., Ogawa, K., Iijima, Y., Arakawa, M., Honda, R., Tanaka, S., 2017, Thermal conductivity model for powdered materials under vacuum based on experimental studies, *AIP Advances*, 7, 015 310
- Skorov, Y., Blum, J., 2012, Dust release and tensile strength of the non-volatile layer of cometary nuclei, *Icarus*, 221, 1 – 11, ISSN 0019-1035
- Spohn, T., Seiferlin, K., Hagermann, A., Knollenberg, J., Ball, A. J., Banaszkiewicz, M., Benkhoff, J., Gadowski, S., Gregorczyk, W., Grygorczuk, J., et al., 2007, MUPUS—a thermal and mechanical properties probe for the Rosetta lander Philae, *Space Science Reviews*, 128, 339–362
- Spohn, T., Knollenberg, J., Ball, A., Banaszkiewicz, M., Benkhoff, J., Grott, M., Grygorczuk, J., Hüttig, C., Hagermann, A., Kargl, G., et al., 2015, Thermal and mechanical properties of the near-surface layers of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko, *Science*, 349, aab0464
- Steiner, G., Kömle, N. I., 1991, A model of the thermal conductivity of porous water ice at low gas pressures, *Planetary and Space Science*, 39, 507–513
- Tipler, P., 1999, *Physics for scientists and engineers*, W.H. Freeman, 4th Ed.
- Tsotsas, E., Martin, H., 1987, Thermal conductivity of packed beds: a review, *Chemical Engineering Processes*, 22, 19–37
- van Antwerpen, W., du Toit, C., Rousseau, P., 2010, A review of correlations to model the packing structure and effective thermal conductivity in packed beds of mono-sized spherical particles, *Nuclear Engineering and Design*, 240, 1803–1818, ISSN 0029-5493
- Wakao, N., Kato, K., 1968, Effective thermal conductivity of packed beds, *Journal of Chemical Engineering*, 2, 24–33
- Wolling, K., 2012, Masterarbeit: Wärmeleitfähigkeit gesinterter SiO_2 Agglomerate, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig
- Zamponi, F., 2008, Mathematical physics: Packings close and loose, *Nature*, 453, 606–607

Danksagung

Mein allergrößter Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr. Jürgen Blum. Von der Diplomarbeit bis hin zur Doktorarbeit war er mir ein wichtiger Lehrer und Freund, mit dem ich zusammen erleben durfte und durch den ich gefördert wurde, mit Wissensdurst, Kreativität und Leidenschaft an wissenschaftliche Problemstellungen heranzutreten und sie zu lösen.

Einen weiteren großen Dank richte ich an meinen zweiten Mentor, Prof. Dr. Mario Trieloff, mit dem zusammen wir in Form einer gemeinsamen Publikation die erfolgreiche Zusammenarbeit während der Forschergruppe künden konnten.

Besonders gefreut und mit Dankbarkeit erfüllt hat mich die Zusage von Prof. Dr. Andreas Hördt, den Vorsitz der Promotionskommission zu übernehmen.

Bastian Gundlach, Yuri V. Skorov und Kristin Wolling danke ich für ihre wertvollen wissenschaftlichen Beiträge zu dieser Arbeit.

Für die vielen Werkstattarbeiten zum Aufbau diverser Experimente bin ich Kathrin Gebauer und Bernd Stoll für ihre sorgfältige Arbeit und kreativen Lösungen äußerst dankbar.

Nicole Reinke, als Sekretärin der Arbeitsgruppe und inzwischen lieben Freundin, danke ich sehr dafür, dass sie die Formalitäten der Bürokratie so angenehm wie möglich gemacht hat.

Ich danke allen Kollegen des Instituts für eine schöne, nicht nur von wissenschaftlichen Diskussionen sondern auch fröhlichen Freizeitaktivitäten begleitete Zeit und die angenehme, freundschaftliche Atmosphäre, in der es großen Spaß gemacht hat, gemeinsam zu forschen.

Von Herzen danke ich Gisela Bohle für ihr enthusiastisches und hilfreiches Rotstift-Zücken.

Zuletzt möchte ich meinen liebsten Freunden und meiner Familie danken, die mir Kraft und Halt gaben, für freudvolle Ablenkung sorgten, und nie aufgehört haben, an mich zu glauben.

Bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) bedanke ich mich für die Förderung meiner Arbeit innerhalb der Forschergruppe FOR 759 „The Formation of Planets: The Critical First Growth Phase“ unter der Projektnummer BI 298/8-1 sowie für die Unterstützung bei dem Projekt SFB963.

Lebenslauf

Zur Person

Name	Maya Krause
Geburtsdatum	23.03.1977
Geburtsort	Goslar
Staatsangehörigkeit	deutsch
Familienstand	ledig

Berufsausbildung

1996	Abitur am Ratsgymnasium Goslar
1996 – 2001	Physik-Studium an der Freien Universität Berlin <i>Diplomprüfungen: Experimentalphysik, Theoretische Physik</i>
2001	Wechsel an die Friedrich-Schiller-Universität (FSU) Jena
2001 – 2003	Abschluss des Studiums mit Physik-Diplom an der FSU Jena <i>Diplomarbeit/-prüfung: Astrophysik</i> <i>Nebenfach: Geophysik</i> <i>Diplomarbeit: „Untersuchung von Brownscher Bewegung und resultierender Staubagglomeration in einem Mikrogravitationsexperiment“ bei Prof. Dr. J. Blum</i>

Berufspraxis

- 08/2003 – 12/2003 **Wissenschaftliche Mitarbeiterin**
FSU Jena, Astrophysikalisches Institut, Arbeitsgruppe
Staublabor
- 01/2004 – 12/2012 **Wissenschaftliche Mitarbeiterin**
TU Braunschweig, Institut für Geophysik und
extraterrestrische Physik, Arbeitsgruppe
Planetenentstehung
- 01/2007 – 12/2012 Mitglied in der DFG Forschergruppe FOR 759 mit dem
Thema: „The Formation of Planets: The Critical First
Growth Phase“, Projekt: „Influence of high-temperature
processes on (proto-)planetesimal growth“
- 01/2013 – 10/2014 **Wissenschaftliche Mitarbeiterin**
TU Braunschweig, Institut für Füge- und Schweißtechnik,
Arbeitsgruppe Festigkeit und Bauteilverhalten
- 11/2014 – 05/2016 **Wissenschaftliche Mitarbeiterin**
Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig,
Arbeitsgruppe Wärmetransport
- 07/2016 – 12/2016 **Wissenschaftliche Mitarbeiterin**
04/2017 – 06/2017 TU Braunschweig, Institut für Geophysik und
extraterrestrische Physik, Arbeitsgruppe
Planetenentstehung
- seit 12/2017 **Programmiererin**
für industrielle Bildverarbeitung
Wente/Thiedig GmbH, Braunschweig

Referierte Publikationen

Blum, J., Gundlach, B., **Krause, M.**, Fulle, M., Johansen, A., Agarwal, J., von Borstel, I., Shi, X., Hu, X., Bentley, M. S., Capaccioni, F., Colangeli, L., Della Corte, V., Fougere, N., Green, S. F., Ivanovski, S., Mannel, T., Merouane, S., Migliorini, A., Rotundi, A., Schmied, R., Snodgrass, C., 2017, *Evidence for the formation of comet 67P/Churyumov-Gerasimenko through gravitational collapse of a bound clump of pebbles*, Monthly Notices of the Royal Astronomical Society, 469, S755-S773

Krause, M., Blum, J., Skorov, Yu.V., Tieloff, M., 2011, *Thermal conductivity measurements of porous dust aggregates: I. Technique, model and first results*, Icarus 214, 286-296

Geretshauser, R.J., Speith, R., Güttler, C., **Krause, M.**, Blum, J., 2010, *Numerical Simulations of Highly Porous Dust Aggregates in the Low-Velocity Collision Regime - Implementation and Calibration of a Smooth Particle Hydrodynamics Code*, Astronomy & Astrophysics, 513, A58

Güttler, C., **Krause, M.**, Geretshauser, R., Speith, R., Blum, J., 2009, *The Physics of Protoplanetary Dust Agglomerates. IV. Towards a Dynamical Collision Model*, The Astrophysical Journal, 701:130-141

Blum, J., Bruns, S., Rademacher, D., Voss, A., Willenberg, B., **Krause, M.**, 2006, *Measurement of the Translational and Rotational Brownian Motion of Individual Particles in a Rarefied Gas*, Physical Review Letters, 97, 230601

Steinbach, J., Blum, J., **Krause, M.**, 2004, *Development of an optical trap for microparticle clouds in dilute gases*, European Physical Journal, E 15, 287-291

Krause, M. und Blum, J., 2004, *Growth and Form of Planetary Seedlings: Results from a Sounding Rocket Microgravity Aggregation Experiment*, Physical Review Letters, 93, 021103